Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

161. BAND, 6. (SCHLUSS-) HEFT
MIT 21 ABBILDUNGEN IM TEXT
(ABGESCHLOSSEN AM 19. MAI 1958)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J. F. BERGMANN · MÜNCHEN
1958

Z. anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 130131

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 161 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Khalifa, H., Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium. Potentiometric Estimation of Thorium. With 4 Figures in the text 401

Rao, V. Panduranga, and G. Gopala Rao, A Fluorescence Test for Vanadium(V) with Resorcinol 406

Heber, U., Über eine neue Methode zur quantitativen Stoffbestimmung direkt am Papierchromatogramm, insbesondere zur Analyse von Aminosäure- und Zuckergemischen. Mit 11 Textabbildungen 409

Eckert, G., Bestimmung von Mikrogrammengen Silicium als Silicomolybdänblau. Mit 6 Textabbildungen 421

Weiner, R., und E. Ney, Komplexometrische Titration von Chrom(III)-ion in Chromsäurelösungen 432

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Cairo University, Faculty of Science, Giza (Egypt)

Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium Potentiometric Estimation of Thorium

By

H. KHALIFA

With 4 Figures in the text

(Eingegangen am 20. Dezember 1957)

Mercuric nitrate has been recently[6] applied as a back titrant for free EDTA in presence of a given metal versenate. This method has proved to give suitable means for the quantitative estimation of a number of cations among which may be mentioned those of the alkaline earths, cadmium, magnesium, copper, lead and zinc. The method was also applicable to the analysis of binary mixtures of barium, strontium or magnesium with any of the above mentioned cations[4,5]. The aim of the present investigation is to find out whether the same method can be applied for the macro- and micro-determination of thorium. Although the methods cited in the literature for the determination of thorium are considerable in number, yet its increasing use in the field of atomic energy has created renewed interest in methods for its determination. For many years macroquantities of thorium have been determined by tedious, time consuming gravimetric procedures. Recently, however, a number of titrimetric procedures have been proposed. KOLTHOFF and JOHNSON[7] reported an amperometric titration of zirconium, thorium, tin and uranium with meta-nitrophenylarsonic acid. FRITZ[1], SUK[8] and KHALIFA[3] separately determined thorium directly with EDTA using Alizarin S, pyrocatechol violet, or Fast Grey as indicators. The present work provides for a simple, rapid and highly accurate method for determing thorium with EDTA without the use of indicators and also in the presence of milligram amounts of uranium. Elements of interference are those which form chelate compounds with EDTA.

Experimental

All the materials used in this investigation were of the requisite purity. These involved thorium nitrate tetrahydrate, disodium salt of ethylene diamine tetraacetic acid dihydrate; nitrates of uranium, lead, ammonium, mercury(II); ammonium hydroxide; oxine; pyrocatechol violet and Fast Grey indicators. The water used was always twice distilled.

The solutions

Thorium nitrate solution. A suitable amount of the salt was finely powdered and dried in an air oven at 80° C. Two stock solutions were prepared by dissolving 3.9582 and 3.4515 g separately in 250 ml water. The resulting solutions were

standardised gravimetrically following the oxinate procedure[2] and volumetrically using the pyrocatechol[8] or the Fast Grey indicators[3]. The three methods gave concordant results of 0.02866 and 0.02527 mean molarities. Further dilutions were made of these stock solutions, and standardised whenever possible by the titrimetric procedure. The solutions were always made 0.02—0.03 M in respect of nitric acid.

EDTA solution. 7.445 g were dissolved in one liter of water. The resulting solution was standardised against 0.040 M lead nitrate solution at $p_H \sim 10$ using tartaric acid or tartrate buffer, and the molarity was found to be 0.0199.

Lead nitrate solution. 0.040 M solution was prepared by dissolving 3.1226 g of the dried salt in 250 ml water.

Uranium solution. 1.26 g of uranyl nitrate $UO_2(NO_3)_2 \cdot 6\,H_2O$ crystals (Mol. W. 202.182) were dissolved in 250 ml water. 1 ml is equivalent to 2.38 mg uranium.

Buffer solutions were prepared in the same manner as previously mentioned. Their p_H values were checked with a glass and calomel electrode immersed in the solution and connected to a Philips p_H meter.

Mercuric nitrate solution. 18 g of the B.D.H. product were dissolved in one liter of water with the aid of the least amount of concentrated nitric acid solution. The resulting solution was left overnight after occasional vigorous shaking and filtered from any insoluble material. The clear solution was standardised against 0.0199 M EDTA solution at different p_H values between 8 and 11. The titration device consisted of a 250 ml pyrex beaker fitted with a rubber piece of suitable thickness provided with holes for the electrode, a mechanical stirrer, the tip of a five ml microburette and a potassium nitrate bridge.

The electrode consisted of a silver rod 7 mm in diameter and 15 mm in length fitted to a glass tubing by aid of paraffine wax. Electrical contact was maintained through a piece of copper wire welded to the part of the rod lying inside the glass tubing. The rod was of the spectroscopically pure metal supplied by Johnson and Matthy, England. The electrode surface was polished with very fine emery paper, washed with water and immersed into pure mercury for several hours. The resulting silver amalgam electrode was used as the negative half cell. A saturated calomel electrode was used as the other half cell. The potentials were read on a potentiometer type Cambridge Instrument Co. Ltd., England, connected to a spot galvanometer. The mercuric nitrate solution was delivered from a 5 ml microburette the tip of which was kept immersed in the titration mixture. The latter consisted of 5 ml 0.0199 M EDTA solution + 40 ml buffer solution, or 3—10 ml EDTA solution + Th solution + 40 ml buffer solution.

Results

In Table 1 are listed the results of standardisation of the mercuric nitrate solution.

Table 1

p_H	ml titrant	mv/0,1 ml	M titrant
8.56	1.775	89	0.0560
9.87	1.775	96	0.0560
10.95	1.770	88	0.0562

In order to test the reproducibility of results different volumes of each of the stock thorium solutions varying between 1 and 3 ml were separately mixed with 10 ml of 0.0199 M EDTA solution in the titration

vessel, followed by the addition of 40 ml of different buffer solutions. Results of such titrations are listed in Table 2 and some of them are represented graphically in Figs. 1 and 2.

Table 2

pH	Th taken mg	Th found mg	% error	mV/0.1 ml
8.56	6.65256	6.65488	0.035	88
9.87	6.65256	6.66950	0.255	96
10.95	6.65256	6.66950	0.255	76
8.56	13.30512	13.30512	0.000	77
9.87	13.30512	13.37011	0.487	78
10.95	13.30512	13.30512	0.000	63
8.56	19.95768	20.05659	0.500	67
9.87	19.95768	20.00716	0.250	84
10.95	19.95768	20.00716	0.250	63
8.56	5.86567	5.87558	0.170	83
9.87	5.86567	5.84899	0.300	87
8.56	11.73134	11.73134	0.000	81
9.87	11.73134	11.69967	0.269	86
8.56	17.59701	17.62218	0.196	86
9.87	17.59701	17.59701	0.000	82

These data and the corresponding curves in Figs. 1 and 2 show close agreement between results of determining milligram amounts of thorium

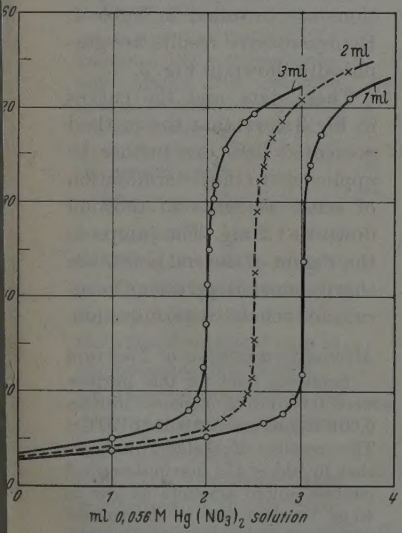


Fig. 1. Titration curves for 1, 2 and 3 ml of 0.02866 M thorium solution (+ 10 ml of 0.0199 M EDTA solution); pH 8.56

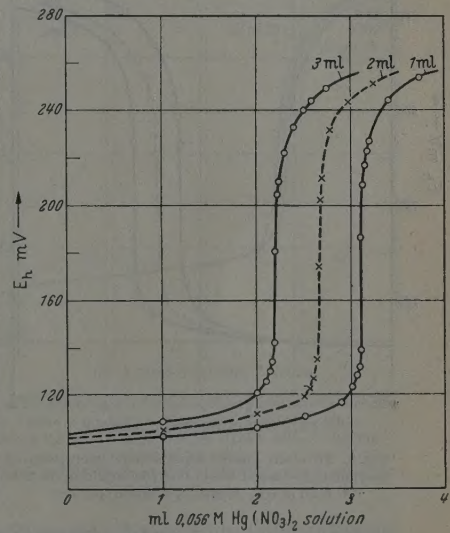


Fig. 2. Titration curves for 1, 2 and 3 ml of 0.02527 M thorium solution (+ 10 ml of 0.0199 M EDTA solution); pH 9.87

covering the range from 5 to 20 mg using the present method, and those obtained by other known procedures with but slight deviations which are almost negligible.

In Table 3 are listed the results obtained by using 0.040 M mercuric nitrate and 0.02527 M thorium solutions.

Table 3

pH	Th taken mg	Th found mg	% error	mV/0.1 ml
8.56	11.73134	11.71564	0.126	78
8.56	17.59701	17.60732	0.062	74
8.56	23.46268	23.43346	0.130	76
9.87	11.73134	11.74025	0.076	72
9.87	17.59701	17.57256	0.139	77
9.87	23.46268	23.46268	0.000	75

The above data in Table 3 are confirmatory and selfexplanatory.

Semimicrodetermination of Thorium

Further dilutions were made involving thorium, mercuric nitrate and EDTA solutions with the respective molarities 0.01, 0.02 and 0.01. The volumes of thorium solutions ranged from 0.5 to 1.5 ml corresponding to 1.1606 to 3.48 milligram. Results of such titrations are recorded in Table 4. Representative results are graphically shown in Fig. 3.

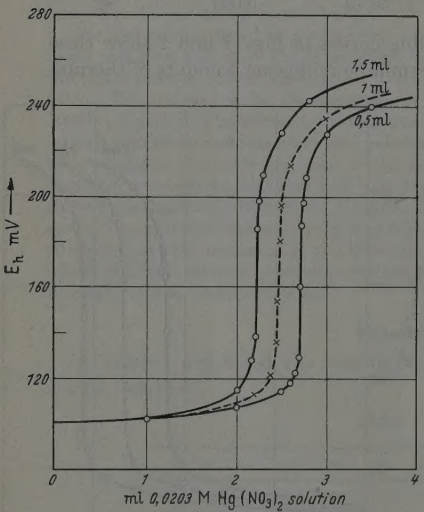


Fig. 3. Titration curves semimicrodetermination of thorium (0.5, 1 and 1.5 ml of 0.01 M thorium solution + 6 ml of 0.01 M EDTA solution) pH 9.87

These data and the curves in Fig. 3 show that the method presented here can further be applicable to the determination of small amounts of thorium down to 1.2 mg. The jumps in the region of the end points are sharp enough to permit an accurate and reliable determination.

Microdetermination of Thorium

Solutions used for this purpose were 0.005175 M mercuric nitrate, 0.001 M thorium and 0.01 M EDTA. The results of Table 5 indicate that by aid of the herein described method, micro amounts as low as 46 μg thorium can be determined with fair accuracy and still large jumps in the region of the end points amounting in the average to $\sim$ 45 mV per 0.1 ml of 0.005 M titrant. Typical curves are shown in Fig. 4.

Table 4

pH	Th taken mg	Th found mg	% error	mV/0.1 ml
8.56	1.1606	1.1606	0.000	77
8.56	2.3212	2.3185	0.117	72
8.56	3.4818	3.4808	0.028	67
9.87	1.1606	1.1624	0.155	80
9.87	2.3212	2.3201	0.047	79
9.87	3.4818	3.4818	0.000	77

Table 5

pH	Th taken mg	Th found mg	% error	mV/p.1 ml
9.87	0.04642	0.04627	0.321	48
9.87	0.11606	0.11606	0.00	43
9.87	0.23212	0.23313	0.435	46
9.87	0.34818	0.34906	0.257	44

Determination of Thorium in presence of Uranium

Solutions used were 0.0409 M mercuric nitrate, 0.01 M uranium, 0.02527 or 0.010 M thorium and buffer pH 9.11 or 9.52. The procedure followed involved (1) the titration of 10 ml 0.01 M EDTA solution, (2) the titration of 10 ml 0.01 M EDTA solution + 2.38 or 4.76 mg U^{6+}, (3) the titration of 10 ml 0.01 m EDTA solution + 0.5 ml Th solution, (4) the titration of 10 m! 0.01 M EDTA solution + U^{6+} + thorium solution against the mercuric nitrate solution. In Table 6 are listed the end points of these titrations together with the percent error.

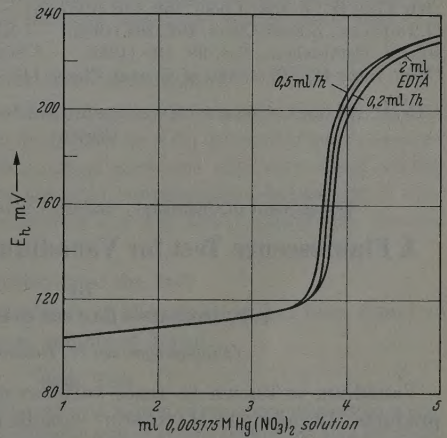


Fig. 4. Titration curves for microdetermination of thorium: Curve 2 ml EDTA: 2 ml 0,01 M EDTA soln. Curve 0,5 ml Th: 2 ml 0,01 M EDTA soln. + 0,5 ml 0,001 M Th-soln. Curve 0,2 ml Th: 2 ml 0,01 M EDTA soln. + 0,2 ml 0,001 M Th-soln.

When similar titrations were carried out using 0.0204 M mercuric nitrate solution end points were obtained 2.5 per cent earlier than the theoretical ones in the presence of 4.76 mg U^{6+} whether buffer pH 9.11 or 9.52 was used. In the presence of 2.38 mg U^{6+}, however, the titrations were performed with an error amounting only to an average of 0.58 per cent. These results indicate that by aid of the method presented here, thorium can be estimated with reasonable accuracy in the presence of double its amount or even more of uranium.

Table 6

Titration	1	2	3	4	% error
	2.440	2.435	2.131	2.122	0.43
	2.441	2.438	2.318	2.305	0.57
	2.440	2.437	2.318	2.300	0.78*

* Titration carried out in the presence of 4.76 mg U^{6+} + 1.16 mg Th.

Summary

Mercuric nitrate has proved to be a suitable back titrant for EDTA amounts in excess of those reacting quantitatively with thorium amounts ranging from 46 μg up to $\sim$ 25 mg. End points are detected potentiometrically with reasonable jumps amounting to an average of 70 mV per 0.1 ml titrant. Thorium can be determined with fair accuracy, in the presence of double its amount of uranium.

References

[1] Fritz, J. J., and J. J. Ford: Analyt. Chemistry **25**, 1640 (1953); cf. Z. anal. Chem. **143**, 215 (1954). — [2] Hecht, F., and J. Korkisch: Mikrochemie **28**, 45 (1940). — [3] Khalifa, H.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 194 (1957); cf. Z. anal. Chem. **161**, 370 (1958). — [4] Khalifa, H.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) in press. — [5] Khalifa, H.: Z. anal. Chem. **159**, 410 (1957/58). — [6] Khalifa, H., R. Patzak and G. Doppler: Z. anal. Chem. **161**, 264 (1958). — [7] Kolthoff, I. M., and R. A. Johnson: J. electrochem. Soc. **98**, 138 (1951). — [8] Suk, V., M. Malát and O. Ryba: Chem. Listy **48**, 533 (1954); cf. Z. anal. Chem. **145**, 215 (1955).

Dr. H. Khalifa, Chemistry Department, Faculty of Science Cairo Univ. Giza (Egypt).

Department of Chemistry, Andhra University, Waltair (India)

A Fluorescence Test for Vanadium(V) with Resorcinol

By

V. Panduranga Rao and G. Gopala Rao

(Eingegangen am 27. Dezember 1957)

Vanadium is known to react with several phenols giving coloured products. According to Matignon[1] vanadic acid gives a blue colour with tannin, gallic acid and pyrogallol, while under the conditions of the experiment resorcinol, quinol, guaiacol and phloroglucinol give no colour. With pyrogallol the reaction is said to be sensitive to 0.1 mg/l of solution. By employing 0.5 ml of solution for the test, Matignon detected as little as 0.00005 mg of vanadium pentoxide. Rosenthaler[3] stated that pyrocatechol gives a blue colour with as little as 0.4 μg of vanadate. Recently, we have reported[2] an almost specific spot test for vanadium which consists in the production of a blue colour, when

vanadium(V) reacts with salicylic acid in 20 N sulphuric or phosphoric acid solution.

In this paper, we are describing a fluorescence test for the detection of vanadium(V) with resorcinol.

Reagents

A 1% solution of resorcinol in water is used as the reagent. Although the reagent changes colour on keeping, we have found that it can still be used for the test.

Procedure

0.1 ml of the resorcinol reagent is taken into a test tube and treated with 2.0 ml of 20 N sulphuric acid or syrupy phosphoric acid. Then 0.1 ml of the test solution containing vanadate is added and the contents thoroughly mixed. A deep blue colour develops immediately, which fades gradually. The intensity of the colour appears to be proportional to the vanadate concentration in the lower concentration range. When the concentration of the vanadate exceeds 0.01 M, the formation of the blue colour is followed by the gradual appearance of a blue precipitate.

We have found that the blue solution yields a red fluorescence in the filtered ultraviolet light. The fluorescence is weak in day light. The fluorescence is much more prominent when the test is carried out in a quartz test tube, rather than in a glass tube. The fluorescence emission and the blue colour of the solution gradually vanish, in about five minutes. While carrying out the test with a very dilute vanadate solution, it has been found necessary to employ a correspondingly dilute solution of resorcinol. The concentration of resorcinol should not exceed much more than 100 times that of the vanadate.

Effect of Acid Concentration

For the appearance of the blue colour, we have found that the overall concentration of the acid should at least be 8 N. It has also been observed that the intensity of the blue colour increases with increasing acidity upto about 20 N. Increasing the acid concentration beyond 20 N does not effect the colour development in any way but it inhibits the fluorescence of the product.

Sensitivity of the Test

As a test tube reaction, the limit of identification has been found to be 5 μg of vanadium in a total volume of 2.0 ml.

Spot Test

A drop of the test solution is mixed with a drop of resorcinol reagent on a spot plate. To this four drops of 20 N sulphuric acid or syrupy phosphoric acid are added and thoroughly mixed. A fine blue colour develops which fluoresces red in filtered ultraviolet light.

Identification limit = 1.0 μg; Dilution limit = 1:50000.

Interference of Foreign Substances

We have found that potassium dichromate also reacts with resorcinol under the experimental conditions just mentioned but it gives only a light violet colour and not a strong blue as with vanadate. The limit of

identification of dichromate has been found to be 50 μg through the colour reaction. Moreover, the product with dichromate does not fluoresce. Permanganate does not give any colour under these conditions. Cerium(IV) does not interfere with the test even when the concentration of cerium is about 10 times that of vanadium, although it reacts with resorcinol giving a dirty brown coloured product, which precipitates, when the cerium(IV) concentration is high. Titanium(IV), iron(III), uranium(VI), molybdenum(VI), and tungsten(VI) do not interfere, even in concentration of 100 μg in 2.0 ml. Vanadium(III) and vanadium(IV) do not give the colour reaction or the fluorescence emission.

Test with other Aromatic Hydroxy Compounds

A large number of hydroxy compounds have been tested in place of resorcinol such as phenol, catechol, hydroquinone, phloroglucinol, gallic acid, pyrogallol, p-hydroxybenzoic acid, o-nitrophenol, p-nitrophenol, resacetophenone etc. Of these, only phloroglucinol gives a violet colour, but the product does not fluoresce in filtered ultraviolet light.

Summary

In continuation of our previous work in which salicylic acid was reported to give a very sensitive and an almost specific colour reaction with vanadium(V), we have now found that vanadium(V) reacts with resorcinol in 20 N sulphuric or phosphoric acid solution to give a blue coloured product, which gives a vivid red fluorescence under filtered ultraviolet light. A sensitive test for vanadium(V) has now been developed making use of this red fluorescence or of the bright blue colour. Dichromate gives a somewhat less sensitive violet colour with the resorcinol reagent under the same conditions, but the product does not fluoresce. Manganese(VII), cerium(IV), iron(III), titanium(IV), uranium(VI), molybdenum(VI) and tungsten(VI) do not interfere with the colour reaction or the fluorescence test for vanadium(V).

References

[1] Matignon, C.: C. R. Acad. Sci. **138**, 82 (1904). — [2] Rao, V. Panduranga and G. Gopala Rao: Z. analyt. Chem. **156**, 100 (1957). — [3] Rosenthaler, L.: Mikrochemie **23**, 194 (1937); cf. Z. analyt. Chem. **119**, 291 (1940).

Prof. G. Gopala Rao, Dr. Sc., Head of the Department of Chemistry, Andhra University, Waltair (India)

Aus dem Institut für Landwirtschaftliche Botanik der Universität Bonn
(Direktor: Prof. Dr. H. Ullrich)

Über eine neue Methode zur quantitativen Stoffbestimmung direkt am Papierchromatogramm, insbesondere zur Analyse von Aminosäure- und Zuckergemischen

Von
Ulrich Heber

Mit 11 Textabbildungen

(Eingegangen am 20. Januar 1958)

Um im Rahmen breiterer physiologischer Untersuchungen quantitative serienmäßige Bestimmungen papierchromatographisch getrennter Stoffe durchführen zu können, wurden von uns verschiedene Methoden der Stoffbestimmung am Chromatogramm durchgeprüft. Dabei zeigte es sich, daß die gängigen Methoden, sofern sie Serienbestimmungen durchzuführen gestatten, recht ungenau sind, während genaue Bestimmungen neben erheblichem apparativem Aufwand derart viel Zeit erfordern, daß sie für Serienbestimmungen ungeeignet werden.

Eine chromatographische Substanzbestimmung kann grundsätzlich auf zweierlei Weise durchgeführt werden, einmal am Chromatogramm selbst oder nach Elution der — gefärbten oder ungefärbten — Substanz in Lösung. Es zeigte sich, daß die Elution vor allen Dingen bei ungefärbten Substanzen zu erheblichen Fehlern führen kann. Eine der Elution vorangehende Farbentwicklung läßt sich aber nur in wenigen Fällen — wie z. B. bei den Aminosäuren mit Ninhydrin — durchführen. Auch dann aber sind die gebildeten Farbstoffe meist nicht quantitativ eluierbar.

Am Chromatogramm selbst werden Bestimmungen auf subjektiver und objektiver Basis durchgeführt. Daß auf die erste Art — etwa über Flächenmessungen — vorgenommene Bestimmungen nicht sehr genau sein können, liegt auf der Hand. Objektive Verfahren erfordern durchweg wesentlichen Aufwand. Die radiometrische Bestimmung kommt nur in seltenen Fällen in Betracht. Vielfach wird die Farbverteilung der Flecken transmissionsphotometrisch gemessen, indem die Flecken über einen erleuchteten Schlitz gezogen werden und das durchgelassene Licht laufend registriert wird[3,5,11,21]. Dann wird die Extinktion gegen den Abstand von einem willkürlich festgesetzten Punkt auf dem Papier aufgetragen, wobei die Fläche unter dem erhaltenen Kurvenzug der Stoffkonzentration proportional sein soll. Der experimentelle — vor allem zeitliche — Aufwand ist erheblich, doch soll das Verfahren bei Einhaltung bestimmter Bedingungen genau sein. Es lassen sich jedoch schon Bedenken theoretischer Art geltend machen. Das Auswerteverfahren setzt Gültigkeit des Lambert-Beerschen Gesetzes voraus. Dieses Gesetz kann jedoch nur gelten, wenn der Streuungskoeffizient des durchstrahlten Mediums gleich Null oder wenig von Null verschieden ist. Das ist aber selbst dann nicht der Fall, wenn das durchstrahlte Papier durch Imprägnieren mit einem Stoff von gleichem Brechungs-

index weitgehend lichtdurchlässig gemacht wird. Es gilt vielmehr eine Funktion, deren Kurvenverlauf je nach Höhe des Streuungskoeffizienten mehr oder weniger gekrümmt ist und auf die noch eingegangen wird (siehe S. 419).

Anstatt einer gesamten Kurvenaufnahme kann auch nur das Maximum der Kurve durch ein kleines Photofenster aufgenommen werden[1,2,18,23]. Jedoch wird hierbei die Genauigkeit als wenig befriedigend angegeben.

Rockland u. Dunn[22] messen den gesamten Fleck in einer extremen Mikromethode auf transmissionsphotometrischer Grundlage aus. Dieses Verfahren erscheint weiter ausbaufähig vor allem mit Rücksicht darauf, daß für jede Bestimmung nur eine Messung erforderlich ist. Die besondere Problemstellung erforderte jedoch die Messung erheblich größerer Flecken, wie sie nämlich bei Auftrag von 10—150 μg Substanz und üblicher Chromatographierzeit erhalten werden, so daß die Verwendung einer gewöhnlichen Photozelle mit einem kleinen Meßfenster als Empfänger ausgeschlossen war.

Versuche, solche größere Flecken durch Photographieren der gesamten Chromatogramme und folgende transmissionsphotometrische Auswertung der Negative bzw. remissionsphotometrische Auswertung von daraus hergestellten Positiven zu verkleinern, scheiterten auch bei sorgfältigster Handhabung daran, daß die photographischen Prozesse neue Fehlerquellen in das Verfahren brachten.

Um nun auch mit relativ einfachen Mitteln genaue serienmäßige Bestimmungen von Substanzflecken in Papierchromatogrammen durchführen zu können, wurde eine Ulbrichtsche Kugel konstruiert, die sowohl Transmissionsmessungen als auch Remissionsmessungen an Flecken bis zu einem Durchmesser von 5,5 cm durchzuführen gestattet. Das Gerät ist relativ einfach herzustellen und erlaubt bei Vorhandensein einer geeigneten Lichtquelle und eines hochempfindlichen Photoelementes direkte Messungen am transparenten und intransparenten Papier. Infolge der Größe des beleuchteten Papierflecks machen sich geringere Inhomogenitäten des Papiers nicht bemerkbar. Weiterhin entfallen Fehler, die sich aus ungleichmäßiger Empfindlichkeit der verwandten Photozelle ergeben könnten, da die Helligkeit eines Raumes gemessen wird. Das Gerät erlaubt nicht nur die Bestimmung von chromatographisch aufgetrennten Substanzgemischen, sondern ist beispielsweise auch für Messungen an pflanzlichen oder textiltechnischen Objekten geeignet.

Beschreibung der Apparatur

Als Lichtquelle wurde die Glühlampe eines Zeissschen Spektralphotometers verwandt.

Die Ulbrichtsche Kugel* wurde aus einem Stück Leichtmetallstange gedreht. Sie besteht aus zwei ineinander verschraubbaren Teilen, aus denen innen je eine Halbkugel herausgedreht wurde (Abb. 1). Zwei Öffnungen von 5,5 cm Durchmesser liegen sich genau gegenüber. Eine dritte Öffnung von 0,8 cm Durchmesser befindet sich in der der Lichtquelle abgewandten Halbkugel. Diese Öffnung ist durch eine Blende gegen Direktlicht von der der Lichtquelle zugewandten Öffnung geschützt und kann auch durch Einschrauben einer weiteren Blende gegen einen gerichteten Lichtstrahl von der hinteren Öffnung geschützt werden. Der Elektronenvervielfacher des Zeissschen Spektralphotometers bzw. eine andere hochempfindliche Meß-

* Herrn R. Schäfer (Bonn) danke ich für die Fertigung des Gerätes.

zelle sitzt direkt auf dieser Öffnung auf. Die beiden großen Öffnungen tragen nach außen rohrförmige Vorsprünge von 1,2 bzw. 0,2 cm Länge und 3 mm Wandstärke, die zum Festklemmen von Blenden verschiedenen Öffnungsdurchmessers dienen. Der Öffnungsdurchmesser der der Lichtquelle zugewandten Blende ist so bemessen, daß der Lichtstrahl genau denjenigen der hinteren Blende ausstrahlt. Es wurden 5 Blendenpaare verwandt. Die Öffnungen der vorderen Blenden besitzen einen Durchmesser von 25, 30, 35, 40 und 45 mm, die der entsprechenden hinteren von 31, 37, 43, 49 mm. Bei Transmissionsmessungen wurde die hintere große Öffnung durch eine Vollblende verschlossen. Der innere Durchmesser der Kugel ist 11,6 cm. Vor der Messung wird die Kugel innen solange mit Magnesiumoxyd bedampft, bis der Belag ungefähr eine Dicke von 0,5 mm erreicht hat. Der Belag an MgO gewährleistet diffuse Reflexion an der Kugelwand und erfüllt in guter Näherung das Lambertsche Kosinusgesetz. Ein weiterer Vorteil des MgO besteht darin, daß es über einen weiten Bereich spektralunabhängiges Reflexionsvermögen besitzt[12].

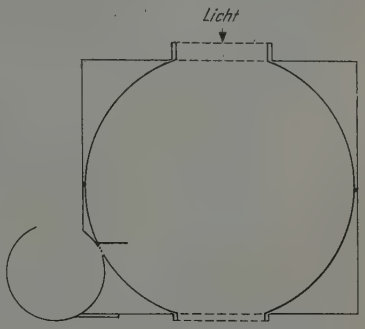


Abb. 1. Ulbrichtsche Kugel

Die Kugel läßt sich durch seitlich eingedrehte Halterungsstäbe an Stativen oder über einen Reiter auf einer optischen Bank befestigen. Sie wird so weit von der Lichtquelle aufgestellt und so justiert, daß die Blendenöffnung voll und homogen ausgeleuchtet ist.

Die Proben werden bei der Messung der Remission durch eine Klemmvorrichtung an die hintere, bei Messung der Absorption an die vordere Blendenöffnung gepreßt. Im letzteren Falle ist die hintere Öffnung durch die innen mit MgO bedampfte Vollblende geschlossen zu halten. Die hintere Klemmfläche, mit der das Papier bei der Remissionsmessung an die Kugel angedrückt wird, kann je nach Meßzweck auf der der Probe zugewandten Seite schwarz, weiß oder spiegelnd sein.

Methodik, Messung und Auswertung

Die Vorbereitung der Chromatogramme hat auf die Genauigkeit der Messung entscheidenden Einfluß. Zur Chromatographie wurde Schleicher & Schüllsches Papier Nr. 2043 b in Bogen vom Format 60 × 58 cm verwandt. 1,2 cm vom Rande wurde das Papier gefalzt. 8 zu analysierende Lösungen und 3 Standardlösungen verschiedener Konzentration wurden jeweils teils mit einer Agla-Micrometersyringe, teils mittels eines zu einer Mikrodosiervorrichtung umgebauten Handmikrotoms in genau identischen Mengen von etwa 0,005 ml 4,5 cm voneinander und 6,8 cm vom oberen Rande aufgetragen. In selbstgefertigten Ganzglaströgen, die 4 Bogen fassen, wurde je nach Entwickler bis zu 4 Tagen absteigend chromatographiert. Nach der Trocknung wurde das zur Farbentwicklung dienende Reagens in einem Tauchverfahren aufgebracht. Das Reagens wurde dazu in wasserfreiem Aceton gelöst und in einen Glastrog von 70 cm Länge, 2 cm Höhe und 5 cm Breite eingefüllt, der sich leicht aus Glasstreifen mit einer Talkum/Wasserglas-Mischung zusammenkitten läßt. Weder Zucker noch Aminosäuren sind acetonlöslich. Bei Verwendung eines schwerer flüchtigen Lösungsmittels als Aceton läßt sich Streifenbildung nicht vermeiden, die zu fehlerhaften Resultaten führt. Der Bogen wurde

mittels hölzerner Wäscheklammern zwischen 2 Glasstäben befestigt, mit seinem oberen Ende in den Trog eingetaucht und anschließend langsam mit gleichbleibender Geschwindigkeit durchgezogen, wobei das Papier durch einen mitrollenden Glasstab in den Trog eingepreßt wurde. Auf diese Weise ließ sich eine sehr gleichmäßige Durchtränkung erreichen. Das durchtränkte Papier wurde an der Luft getrocknet und anschließend im Wärmeschrank bei Temperaturen farbentwickelt, die für die einzelnen Entwicklungsreagentien als optimal angegeben sind. Für völlig gleichmäßige Temperaturverhältnisse im Wärmeschrank sorgte ein mit Propeller versehener Rührmotor bei 2000 Umdrehungen in der Minute.

Da die gebildeten Farbflecken meist nicht beständig sind, wurde direkt nach der Farbentwicklung im monochromatischen Licht bei maximaler Absorption der betreffenden Farbe photometriert. Dazu wurden die Bogen in geeigneter Weise in Streifen zerschnitten. Die zu den einzelnen Serien von Flecken passenden Blenden wurden so ermittelt, daß diejenige Blende verwandt wurde, in die der größte Fleck der jeweiligen Serie noch in seiner ganzen Ausdehnung hineinpaßte. Die Flecken wurden zart mit Bleistift markiert und mit Hilfe der Markierung grob in die Halterung eingepaßt. Die im Dunkeln durchgeführte Messung, bei der nur ein kleines Lämpchen die Skala erleuchtete, ging so vor sich, daß der Flecken bis zum Minimalausschlag vorsichtig in der Halterung verschoben wurde. Dieser wurde registriert. Eine nicht angefärbte Stelle in gleicher Höhe der Flecken diente als Bezugsgröße. Der Minimalausschlag J wurde durch den Bezugswert J_o dividiert, wobei eine Größe resultiert, die als reziproke Durchlässigkeit (= 1/D) oder als reziproke Helligkeit (= 1/H) bezeichnet werden mag. Die Werte der auf jedem Bogen mitgeführten 3 Standards wurden gegen die Konzentration aufgetragen und untereinander verbunden. Beim Weiterführen zur Konzentration Null muß die Kurve durch den Schnittpunkt der Koordinaten gehen. In die so erhaltene Standardkurve wurden die Werte der unbekannten Flecken eingeordnet. Die gesuchten Konzentrationsangaben konnten dann direkt abgelesen werden.

Ergebnisse

Am stärksten wird die Genauigkeit der Messung durch eine Färbung des Papieruntergrundes beeinträchtigt, die bei der Farbentwicklung in der Wärme auftritt und auch bei Beachtung aller Vorsichtsmaßregeln beim Tränken mit dem Reagens und bei der Farbentwicklung nicht absolut gleichmäßig über den ganzen Bogen zu halten ist. Die Intensität der Untergrundfärbung ist abhängig von der Natur des jeweils verwandten Farbentwicklers und natürlich von den Reaktionsbedingungen. Es sollte nun genauer untersucht werden, welche Farbentwickler vorzugsweise bei der vorliegenden Methode in Anwendung zu kommen hätten. Zu diesem Zwecke wurden in Nachahmung der bei der Analyse herrschenden Verhältnisse Remissions- und teilweise auch Transmissionsspektren von Papierflecken und vom Papieruntergrund gegen einen Standard (bei der Remission MgO, bei der Transmission ein Papierleerwert) aufgenommen. Die Flecken wurden durch einen Substanzauftrag von 40 μg Galaktose bei Aldosenreagentien, von 40 μg Fructose bei Ketosenreagentien je cm^2 Papierfläche und anschließende Farbentwicklung mittels des Sprühverfahrens erhalten. An Zuckerreagentien wurden geprüft: Triphenyltetrazoliumchlorid[25], p-Anisidin[14], m-Phenylendiamin[6],

Anilin/Diphenylamin[4], Benzidin[13], Anilinphthalat[20], Naphthoresorcin[19], Orcin[15], 3,5-Dinitrosalicylsäure[26], Silbernitrat[10] und Harnstoff[9].

Besonders geeignet erscheinen davon für alle reduzierenden Zucker Triphenyltetrazoliumchlorid, für die Aldosen Anilinphthalat und für Ketosen und Ketosen enthaltende Oligosaccharide Harnstoff, da hier

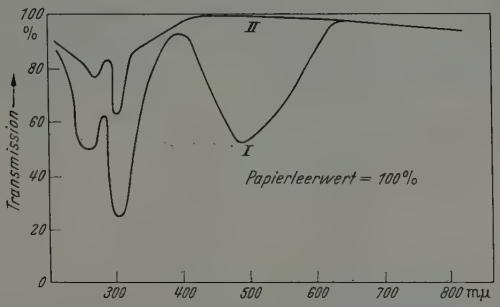


Abb. 2. Transmissionsspektrum eines Triphenylformazanfleckens (Galaktose) (*I*) und des dazugehörigen Papieruntergrundes (*II*)

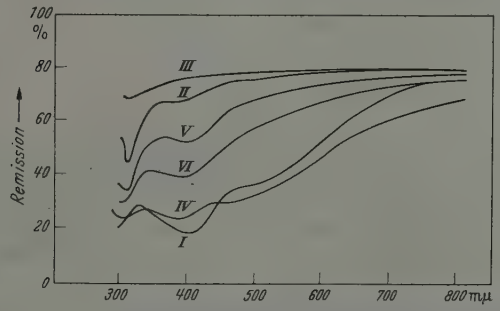


Abb. 3. Remissionsspektren der Anilinphthalatflecke verschiedener Zucker. (Erklärungen s. Text)

der Papieruntergrund nur wenig vom Reagens angegriffen wird. Es können jedoch unter Beachtung vorsichtigster Entwicklungsbedingungen ebenso gut auch andere Farbentwickler verwendet werden.

Abb. 2 zeigt das Spektrum eines Triphenylformazanfleckens (I) und des dazugehörigen Papieruntergrundes (II) in der Transmission gegen unbehandeltes Papier. Es ergibt sich, daß Messungen bei etwa 490 mμ durchzuführen sind.

Bei Anilinphthalat wurde der Einfluß verschiedener Zucker auf das Spektrum der resultierenden Verbindung in der Remission geprüft. Es wurden je 40 μg Galaktose (I), Arabinose (IV), Maltose (V) und

Fructose (VI) je cm² Fleckenfläche aufgetragen (Abb. 3). (II) und (III) sind die Kurven des Untergrundes und des Papierleerwertes. Das Reagens wurde durch Auflösen von 1,66 g Phthalsäure und 0,93 g Anilin in 100 ml wasserfreiem Aceton bereitet. Bei 105° C wurde entwickelt. Eine Bandenverschiebung unter dem Einfluß verschiedener Zucker läßt sich nicht beobachten.

Transmissions- und Remissionsspektren entsprechen in der Form einander völlig, jedoch erscheinen die Remissionsspektren gegenüber den Transmissionsspektren meist verflacht. Das gilt auch für die Eichkurven

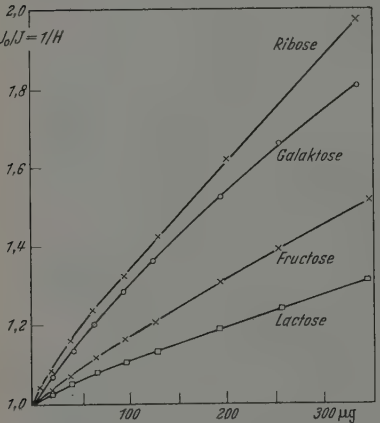


Abb. 4
Eichkurven für Remissionsmessungen
(Reagens: Anilinphthalat)

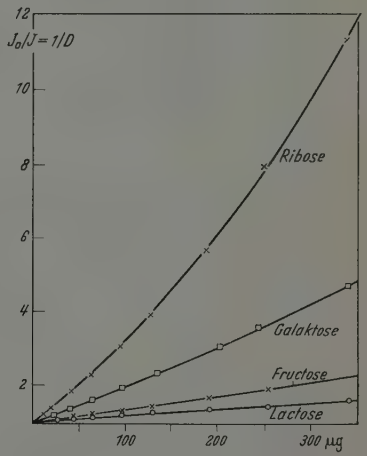


Abb. 5
Eichkurven für Transmissionsmessungen
(Reagens: Anilinphthalat)

(Abb. 5 gegenüber Abb. 4) und läßt sich durch Störungen aus der Grenzflächenreflexion erklären, die bei der Remission in der Ulbrichtschen Kugel mitgemessen wird. In Abb. 4 und 5 sind Eichkurven wiedergegeben, die beim Auftragen der reziproken Helligkeit bzw. der reziproken Durchlässigkeit gegen die Zuckerkonzentration in der Remission bzw. in der Transmission erhalten wurden. Die Messung erfolgte bei 400 mμ.

Das Reaktionsprodukt von Harnstoff mit Ketosen zeigt eine fast gleichmäßige Absorption im ganzen sichtbaren Strahlungsbereich (Abb. 6). Konzentrationskurven von Fructose, Saccharose und Raffinose wurden in der Remission aufgenommen (Abb. 7). (Reagens: 5 g Harnstoff wurden in 100 ml Aceton suspendiert und mit 4 ml konz. Salzsäure

in Lösung gebracht.) Da der Papieruntergrund nur sehr schwach mitreagiert, sind auch hier die Streuungen der Werte gering, obwohl die Kurven sehr flach ansteigen. Alle wiedergegebenen Eichkurven wurden unter Verwendung der größten Blende aufgenommen.

Ein steilerer Kurvenanstieg und damit größere Genauigkeit läßt sich generell bei Messung der Transmission gegenüber der Remission und bei

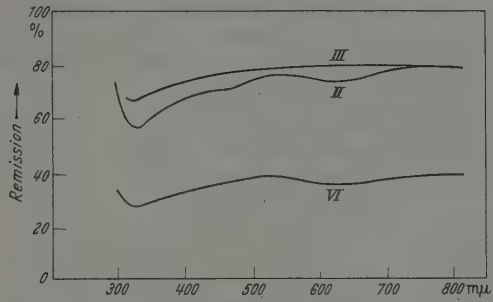


Abb. 6. Remissionsspektrum des Reaktionsproduktes von Harnstoff mit Fructose (*VI*). (*II* u. *III* sind die Kurven des Untergrundes und des Papierleerwertes)

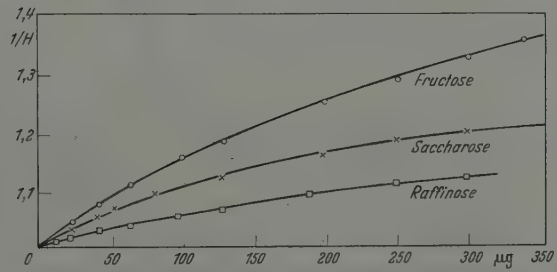


Abb. 7. Eichkurven für Remissionsmessungen (Reagens: Harnstoff)

Verwendung kleinerer Blenden erreichen. Anfangs wurden die Chromatogramme zur Aufnahme von Transmissionseichkurven mit einer Transparenzflüssigkeit imprägniert. Diese Imprägnierung ließ sich aber an den verhältnismäßig großen Papierflächen nicht gleichmäßig durchführen, so daß erhebliche Streuungen der Meßwerte resultierten- Aus diesem Grunde wurde dazu übergegangen, die Transmission am hinsichtlich seiner Transparenz unveränderten Papier zu messen. Geringere Inhomogenitäten des Papiers stören nicht, da die Meßfläche groß ist und Fehlerkompensation eintritt. Durchgemessene Leerbogen zeigten innerhalb der Meßgenauigkeit gleiche Ausschläge an verschiedenen Stellen. Daß die Kurvensteilheit mit der Verwendung kleinerer Blenden steigt,

erklärt sich aus einer Verkleinerung der nicht vom Flecken eingenommenen „Weißfläche".

Von Aminosäurereagentien wurde nur Ninhydrin geprüft. Als Reagens diente eine 2% Essigsäure enthaltende 0,2%ige Lösung von Ninhydrin in Aceton. Abb. 8 zeigt das Remissionsspektrum des aus der Reaktion mit Glycin hervorgegangenen Farbstoffs, Abb. 9 bei 560 mμ in der Remission aufgenommene Eichkurven. Die Papieruntergrundfärbung fällt kaum ins Gewicht, während die scharf ausgeprägten Banden große Meßempfindlichkeit gewährleisten.

Um Anhaltspunkte über die Genauigkeit der Messungen zu erhalten, wurden Fehlerberechnungen angestellt. Auf zwei Bogen wurden in schon beschriebener

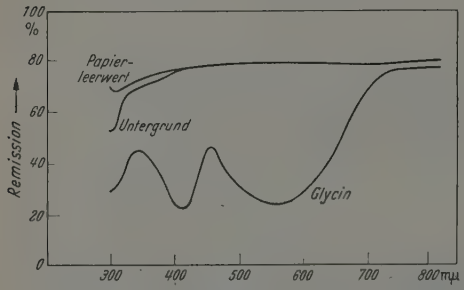


Abb. 8. Remissionsspektrum des Reaktionsproduktes von Ninhydrin mit Glycin

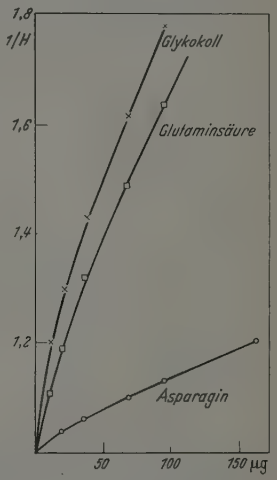


Abb. 9. Eichkurven für Remissionsmessungen (Reagens: Ninhydrin)

Weise je 4 Galaktosestandards verschiedener Konzentration und 6 „unbekannte" Analysenlösungen mit je 100 μg Galaktose aufgetragen. Es wurde mit Butanol-Eisessig-Wasser (4 : 1 : 5) chromatographiert und mit Anilinphthalat entwickelt. Mit Hilfe der Werte der vier Standards wurde eine Kurve konstruiert, in die die Werte der „unbekannten" Flecken eingeordnet wurden. Aus den Abweichungen ergab sich der durchschnittliche Fehler dieser 12 Messungen $\frac{\Sigma x}{n}$ zu 3% und der mittlere Fehler $\frac{\Sigma x^2}{n-1}$ zu $\pm$ 3,8%. Der Fehler der Auftragung betrug $\pm$ 0,5—1%. Bei Verwendung eines besser geeigneten Entwicklerreagenses und der Messung der Transmission dürfte sich der Fehler noch weiter vermindern lassen.

Nach Abschluß der Arbeit wurden Untersuchungen an Pflanzenextrakten durchgeführt, in denen 7 verschiedene Zucker bestimmt

wurden. Die Summen aus den chromatographischen Einzelbestimmungen zeigten sehr gute Übereinstimmung zur Gesamtzuckerbestimmung, die nach der Anthronmethode vorgenommen wurde.

Besprechung

Die vorstehend beschriebene Ulbrichtsche Kugel gestattet sowohl Transmissions- als auch Remissionsmessungen durchzuführen. Da nun bisher remissionsphotometrische Messungen am Papier nur in außerordentlich geringem Umfange vorgenommen worden sind, wurden die hier herrschenden Verhältnisse besonders untersucht. Jedoch wurde auch die Transmissionsmessung nicht vernachlässigt, zumal sich bei Routineuntersuchungen zeigte, daß sie genauer und bequemer durchzuführen ist als die Remissionsmessung.

Vaeck[24] gibt bei seinen Reflexionsmessungen an begrenzten Bereichen von Nickelflecken Gültigkeit des Kubelka-Munkschen Reflexionsgesetzes an. Es wurde nun versucht, den bei der Remission erhaltenen, leicht nach unten gekrümmten Kurvenverlauf über diese Beziehung zu erklären.

Die Ableitung des Kubelka-Munkschen Gesetzes für Reflexionsverhältnisse an optisch unendlich dicken Farbanstrichen[17] soll hier in ihren Grundzügen wiedergegeben werden, da sie auch den Ansatz zu einer für die Transmission geltenden Beziehung bildet.

Es sei aus einem planparallelen Farbanstrich der Dicke X, der von oben beleuchtet wird, ein beliebiges Schichtelement herausgegriffen. An diesem soll die Intensität des nach unten gehenden Lichtes i, die des nach oben gehenden Lichtes j betragen (reflektiertes bzw. gestreutes Licht). Das Flächenelement absorbiert und remittiert nun von allem nach unten gehendem Licht einen bestimmten konstanten Anteil $k\,dx + s\,dx$, wenn k die Absorptionskonstante, s die Remissionskonstante und dx die Dicke des Flächenelementes ist. Für j gilt das gleiche wie für i. Die dem nach unten gehenden Licht durch Remission entzogene Intensität $s\,dx$ addiert sich zur Intensität des nach oben gehenden Lichtes und umgekehrt, während die Anteile $k\,dx$ gelöscht werden. Es heißt also unter Berücksichtigung der Vorzeichen vollständig

$$-di = -(k+s)\,i\,dx + s\,j\,dx$$

und

$$dj = -(k+s)\,jx\,d + s\,i\,dx.$$

Nach Addierung, Umformung und Integration unter Einführung von Grenzbedingungen erhält man für eine unendlich dicke Anstrichschicht

$$\frac{k}{s} = \frac{(1-H)^2}{2H},$$

wobei $\frac{j}{i} = h$ bzw. $\frac{J}{I} = \frac{J}{I_0} = H$, d. h. die Helligkeit ist.

Die Helligkeit einer deckenden Schicht soll also nur vom Verhältnis der Absorptions- zur Remissionskonstanten abhängen. Die Absorptionskonstante ist, wie von der Lambert-Beerschen Gleichung her bekannt, direkt proportional der Konzentration an absorbierender Substanz, so

daß also das Verhältnis $\frac{k}{s}$ ein direktes Maß für die Konzentration einer absorbierenden Substanz bei der Remission an einer optisch unendlich dicken Schicht darstellt.

Aus mehreren Gründen war nun eine Gültigkeit der Kubelka-Munkschen Beziehung für die Remission von chromatographischen Flecken nicht zu erwarten:

1. Die Beziehung berücksichtigt nur diffus gestreutes Licht. In der Ulbrichtschen Kugel geht aber die Grenzflächenreflexion mit in die Messung ein, so daß also vor allen Dingen bei hohen Extinktionen ein erheblicher Fehler resultieren dürfte.

2. Die Meßöffnung (Blendenöffnung) muß in einer Meßreihe konstant gehalten werden, während ja die Größe der Flecken konzentrationsabhängig ist. Es wurde darauf geachtet, daß jeweils von einer Konzentrationsreihe der größte Fleck noch vollständig in das Meßfenster hineinpaßte, so daß also bei kleineren Flecken mehr oder weniger große „ungefärbte" Bereiche mitgemessen wurden. Nun ist aber der Ausschlag des Meßinstrumentes nicht nur von der Gesamtkonzentration an absorbierender Substanz im gesamten Bereich des Fleckens abhängig, sondern auch von der Verteilung der Substanz. Die Abweichung des tatsächlich gemessenen Wertes von dem Wert, der bei uniformer Verteilung derselben Substanzmenge über den gesamten Fleck erhalten werden würde, steigt mit der Absorption der Substanz, d. h. der Substanzmenge, die gemessen wird, und nimmt bei hohen Extinktionen beträchtliche Ausmaße an[11].

3. Die optische Dicke des zur Messung gelangenden Chromatographiepapieres ist nicht unendlich, d. h. das Meßergebnis ist nicht unabhängig davon, ob die zum Anpressen an die Ulbrichtsche Kugel verwendete Klemmfläche gefärbt ist oder nicht.

Trotz aller dieser Punkte, die an sich weitgehende Abweichungen von der Gleichung erwarten lassen, wurde in vielen Fällen beim Auftragen von $\frac{k}{s}$ gegen die Konzentration bei Substanzmengen über 40—60 μg eine Gerade erhalten (Abb. 10). Für diejenigen Remissionskurven, die eine gute Kurvensteilheit besitzen, scheint das Kubelka-Munk-Gesetz innerhalb gewisser Konzentrationsbereiche zu gelten, während die Kurven mit schwachem Anstieg auch im Kubelka-Munk-Diagramm gekrümmte Linien ergeben. Das dürfte daran liegen, daß die Flecken nicht weit genug „ausgeblendet" wurden, so daß ungefärbte Bereiche der Meßöffnung den Ausschlag des Meßinstrumentes zu stark verfälschten. Für diese Annahme spricht, daß im niederen Konzentrationsbereich auch dort, wo im höheren Bereich Gültigkeit herrscht, Abweichungen vorkommen. In diesem Konzentrationsbereich sind aber die Flecken sehr klein und damit nicht ausreichend „ausgeblendet". Im allgemeinen scheinen sich die Fehler,

die sich aus der Extinktionsverteilung über den Fleck ergeben, weitgehend dadurch auszugleichen, daß im niederen Extinktionsbereich der Fehler an sich zwar klein, die „fehlererzeugende Fläche" aber groß ist, während im höheren Extinktionsbereich der Fehler groß, aber die „fehlererzeugende Fläche" klein ist.

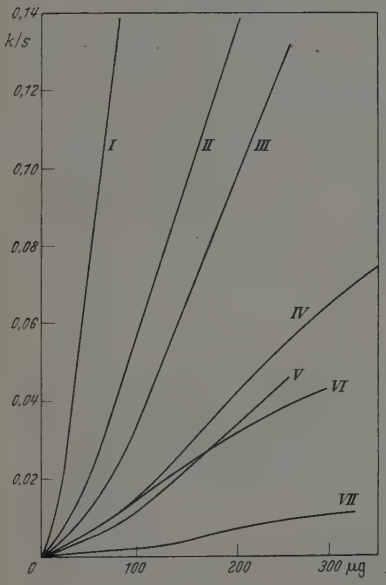


Abb. 10

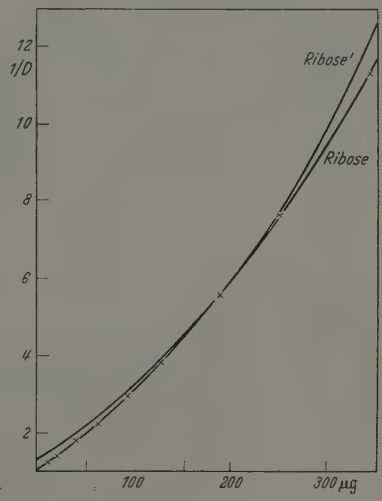


Abb. 11

Abb. 10. Beziehung zwischen Konzentration und dem Verhältnis der Absorptions- zur Remissionskonstanten. (*I*) Glutaminsäure, Entwickler Ninhydrin, Messung bei 560 mμ; (*II*) Fructose, Entwickler Triphenyltetrazoliumchlorid, Messung bei 500 mμ; (*III*) Galaktose, Entwickler Anilinphthalat, Messung bei 400 mμ; (*IV*) Fructose, Entwickler Harnstoff, Messung bei 600 mμ; (*V*) Asparagin, Entwickler Ninhydrin, Messung bei 560 mμ; (*VI*) Galaktose, Entwickler Benzidin, Messung bei 600 mμ; (*VII*) Lactose, Entwickler Anilinphthalat, Messung bei 400 mμ

Abb. 11. Vergleich zwischen errechneter (Ribose') und experimentell gefundener Konzentrationskurve für Ribose

Es wurde schon in der Einleitung darauf hingewiesen, daß das Lambert-Beersche Gesetz auf Transmissionsmessungen sowohl bei transparent gemachtem als auch bei unverändertem Papier keine Anwendung finden kann, da die Streuung des Lichtes mit berücksichtigt werden muß. Aus der Kubelka-Munkschen Differentialgleichung für das transmittierende Licht läßt sich eine Beziehung ableiten[16], die bessere Gültigkeit besitzt als das Lambert-Beersche Gesetz. Sie lautet:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\sqrt{k(k+2s)}\,x}$$

$$\ln\frac{I_0}{I} = \sqrt{\varepsilon c(\varepsilon c + 2s)}\,x, \text{ da } k = \varepsilon c \text{ ist.}$$

Vermutlich erklärt diese Beziehung die Abweichungen von der Lambert-Beerschen Gleichung, die von verschiedener Seite bei der Transmissionsmessung von Papieren nach der Graßmannschen Methodik angegeben werden[7,8]. Je weniger das Medium streut, desto kleiner ist s und desto mehr nähert sich der Kurvenverlauf der Lambertschen Geraden.

Bei intransparentem Papier (Nr. 2043b von Schl. & Sch.) besitzt s einen Wert, der etwa in der Größenordnung von 30 liegt. Die Abweichungen vom Lambert-Beerschen Gesetz sind dann sehr beträchtlich. Die Werte von s und ε lassen sich, wie man leicht sieht, aus zwei Messungen bei verschiedenen bekannten Konzentrationen ermitteln. Abb. 11 (S. 419) zeigt die experimentell für Ribose unter Verwendung von Anilinphthalat bei 400 mμ erhaltene Kurve und daneben die auf Grund der Gleichung errechnete Kurve ($\equiv$ Ribose'). Die „fehlererzeugende Fläche" dürfte auch hier für die Abweichungen verantwortlich sein.

Zusammenfassung

Es wird ein neues, leicht herstellbares Gerät beschrieben, mit dem Transmissions- und Remissionsmessungen an papierchromatographischen Flecken zur quantitativen Auswertung durchgeführt werden können. Das Gerät ist auch für andere Zwecke brauchbar, ist aber vor allen Dingen für genaue Serienuntersuchungen an biologischem Material entwickelt worden. Die Fehlergrenze liegt bei etwa $\pm$ 3% (bei 100 μg Galaktose und Anilinphthalatentwicklung). Theoretische Grundlagen werden aufgezeigt und diskutiert. An Stelle des Lambert-Beerschen Gesetzes wird eine Beziehung mit weiterem Gültigkeitsbereich für die Auswertung von Transmissionsmessungen an Papieren erörtert.

Für reges Interesse an der Arbeit und stete Förderung bin ich den Herren Prof. Dr. H. Ullrich vom Institut für Landwirtschaftliche Botanik und Prof. Dr. B. Helferich vom Chemischen Institut der Universität Bonn zu außerordentlichem Dank verpflichtet. Die Untersuchungen sind zum Teil aus Mitteln der Deutschen Forschungsgemeinschaft bestritten worden, wofür hier noch besonders gedankt sei.

Literatur

[1] Block, R. J.: Analyt. Chemistry **22**, 1327 (1950); vgl. diese Z. **137**, 121 (1952/53). — [2] Block, R. J.: Proc. Soc. exp. Biol. Med. **72**, 337 (1949); vgl. diese Z. **135**, 62 (1952). — [3] Block, R. J.: Science (New York) **108**, 608 (1948); vgl. diese Z. **135**, 62 (1952). — [4] Buchan, J. L., u. R. I. Savage: Analyst **77**, 401 (1952); vgl. diese Z. **139**, 211 (1953). — [5] Bull, H. B., J. W. Hahn u. V. H. Baptist: J. Amer. chem. Soc. **71**, 550 (1949). — [6] Chargaff, E., C. Levine u. Ch. Green: J. biol. Chemistry **175**, 67 (1948). — [7] Crook, E. M., H. Harris, F. Hassan u. F. L. Warren: Biochemic. J. **56**, 434 (1954); vgl. diese Z. **146**, 151 (1955). — [8] Crook, E. M., H. Harris u. F. L. Warren: Biochemic. J. **51**, XXVI (1952). — [9] Dedonder, R.: Bull. Soc. Chim. biol. **34**, 144 (1952). — [10] Dedonder, R.: Bull. Soc. chim. France **19**, 874 (1952). — [11] Grassmann, W., u. K. Hannig: Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **290**, 1 (1952); vgl. diese Z. **140**, 293 (1953). — [12] Henning

F., u. W. Heuse: Z. Physik **10**, 111 (1922). — [13] Horrocks, R. H.: Nature (London) **164**, 444 (1949). — [14] Hough, L., J. K. N. Jones u. W. H. Wadman: J. chem. Soc. (London) **1949**, 2511; vgl. diese Z. **137**, 32 (1952 53). — [15] Klevstrand, R., u. A. Nordal: Acta chem. scand. **4**, 1320 (1950). — [16] Kortüm, G., u. H. Schöttler: Z. Elektrochem. Ber. Bunsenges. physik. Chem. **57**, 353 (1953). — [17] Kubelka, P., u. F. Munk: Z. techn. Physik **12**, 593 (1931). — [18] Paladini, A. C., u. L. F. Leloir: Analyt. Chemistry **24**, 1024 (1952); vgl. diese Z. **138**, 374 (1953). — [19] Partridge, S. M.: Biochemic. J. **42**, 238 (1948); vgl. auch diese Z. **136**, 143 (1952). — [20] Partridge, S. M.: Nature (London) **164**, 443 (1949). — [21] Patton, A. R., u. P. Chism: Analyt. Chemistry **23**, 1683 (1951); vgl. diese Z. **136**, 434 (1952). — [22] Rockland, L. B., u. M. S. Dunn: J. Amer. chem. Soc. **71**, 4121 (1949); vgl. diese Z. **135**, 206 (1952). — [23] Salander, R. C., M. Piano u. A. R. Patton: Analyt. Chemistry **25**, 1252 (1953); vgl. diese Z. **143**, 452 (1954). — [24] Vaeck, S. V.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 48 (1954); vgl. diese Z. **144**, 143 (1955). — [25] Wallenfels, K.: Naturwissenschaften **37**, 491 (1950); vgl. diese Z. **135**, 201 (1952). — [26] Weygand, H., u. H. Hofmann: Chem. Ber. **83**, 405 (1950).

Dipl.-Chem. Ulrich Heber, Institut f. Landwirtsch. Botanik der Universität Bonn

---

Aus dem Wernerwerk für Bauelemente der Siemens & Halske AG, München

Bestimmung von Mikrogrammengen Silicium als Silicomolybdänblau

Von
G. Eckert

Mit 6 Textabbildungen

(Eingegangen am 31. Januar 1958)

I. Einführung

Man kennt bisher praktisch nur eine Reaktion, die sich für eine quantitative photometrische Bestimmung kleiner Siliciummengen eignet: Silicium bildet mit Molybdänsäure in saurem Medium gelbgefärbte Heteropolysäuren, denen nach Untersuchungen von Jander[10], Pfeiffer[17] u. a. die Formeln $H_8[Si(Mo_2O_7)_6 \cdot aqua]$ bzw. $H_4[Si(Mo_3O_{10})_4 \cdot aqua]$ zugeordnet werden können. Durch Reduktion in stark saurer Lösung erhält man ein tief blau gefärbtes Reduktionsprodukt, sog. „Silicomolybdänblau", dessen Konstitution bisher nicht einwandfrei geklärt ist, das sich jedoch im Prinzip für eine photometrische Bestimmung eignet. Aus dem Schrifttum sind zahlreiche Vorschriften für die photometrische Bestimmung des Siliciums als Silicomolybdänblau bekannt, die jedoch in der überwiegenden Mehrheit empirisch auf einen speziellen Anwendungsfall zugeschnitten sind und sich bei der Übertragung auf andere Verhältnisse nicht befriedigend reproduzieren lassen. Nur in relativ wenigen Arbeiten, auf die wir in den folgenden Abschnitten

noch eingehen werden, sind systematische Untersuchungen über mögliche Beeinflussungen durchgeführt worden.

Die vorliegende Arbeit soll einen Beitrag zur Klärung der Verhältnisse bei der Überführung in das photometrierbare Silicomolybdänblau leisten. Die Untersuchung ist im Zusammenhang mit der Silicium-Bestimmung in Nickellegierungen[4] durchgeführt worden.

II. Die Bildung der Heteropolysäure und deren Reduktion zu Silicomolybdänblau

Kieselsäure neigt in wäßriger Lösung dazu, höhermolekulare Polykieselsäuren zu bilden. Diese Kondensation ist eine weitgehend von der Acidität und auch der Verdünnung abhängige reversible Reaktion. Nach Untersuchungen von Weitz u. Mitarb.[22] findet in sehr verdünnten Lösungen ein praktisch vollständiger Abbau der Polysäuren zur Monosäure statt. Dies ist für den Anwendungsfall der Siliciumbestimmung sehr wesentlich, da nur die monomere Form mit den Isopolysäuren des Molybdäns unter Bildung der analytisch interessierenden Heteropolysäure reagiert. Natürlich wird, da das Molybdat-Anion den monomeren Anteil wegfängt, in jedem Falle eine Gleichgewichtsverschiebung zugunsten des Abbaues der Polysäure stattfinden, doch wird bei Vorliegen der Polysäure die Bildungsreaktion der Silicomolybdänsäure nun von den Geschwindigkeitsverhältnissen aller Teilreaktionen abhängig. In der Tat sind bei höheren Siliciumkonzentrationen ($> 400\ \mu g\ SiO_2/100$ ml) die unter gleichen Versuchszeiten gefundenen Ergebnisse bereits von der Eigenkonzentration des Silicates in der Lösung abhängig, wie aus eingehenden Untersuchungen von Blasius u. Czekay[1] hervorgeht, die nachweisen, daß die Eigenkonzentration des Silicates den Aggregationszustand beeinflußt*. Auch größere Salzkonzentrationen scheinen den Zustand des Silicates in der Lösung zu beeinflussen[1,13,16].

Bildungsgeschwindigkeit wie auch Existenzbereich der Heteropolysäure sind stark abhängig von der Acidität der Lösung. Nach Untersuchungen anderer Autoren[5,11,13,14,19] dürfte der p_H-Bereich von etwa 1,5 bis 2,0 den optimalen Verhältnissen entsprechen. Die Überführung der gelben Heteropolysäure in die photometrierbare blaue Verbindung muß, um die Reduktion des Molybdates selbst zu vermeiden, in relativ stark saurer Lösung erfolgen[5] und gelingt nur mit Hilfe eines Reduktionsmittels hohen Reduktionspotentials. Am häufigsten ist bisher

* Verschiedentlich[2,5,18] ist daher zur Erfassung eines sogenannten kolloiden Anteiles eine der Bestimmung vorangehende Behandlung mit Natriumhydrogencarbonat vorgeschlagen worden. — Bei allen unseren Untersuchungen konnten wir bei den von uns angewandten kleinen Konzentrationen ($\leq 0{,}5\ \mu g$ Si/ml) und Reaktionszeiten bei der Ausbildung der Heteropolysäure (10 min) in keinem Fall, auch nicht bei vorangegangener Säurebehandlung z. B. durch Auflösen von Metallproben, einen nicht erfaßbaren kolloiden Anteil feststellen.

Zinn(II)-chlorid in salzsaurer Lösung verwendet worden, dessen Lösungen jedoch sehr instabil sind. Selbst bei täglich frischem Ansatz haben wir bei Verwendung dieses Reagenses mitunter starke Eichkurvenverschiebungen und unterschiedliche Blindwertextinktionen beobachtet, die eine sichere Auswertung außerordentlich erschweren. — Auch MULLIN u. RILEY[16], die einige gebräuchliche Reduktionsmittel untersuchten, wiesen auf die ungünstigen Eigenschaften des Zinn(II)-chlorides wie auch einiger anderer verwendeter Reduktionsmittel, wie Amidol und Hydrochinon hin. Das von diesen Autoren empfohlene Metol-Sulfitreagens hat jedoch den Nachteil, daß die Reduktion nur sehr langsam vonstatten geht und konstante Endwerte erst nach etwa $2^1/_2$—3 Std erreicht werden.

Bei vergleichenden Untersuchungen mit verschiedenen Reduktionsmitteln [Zinn(II)-chlorid, Hydrazinsulfat, Metol, 1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäure, Eisen(II)-salz bei Gegenwart von Oxalsäure, sowie Zinn(II)-oxalat] fanden wir, daß mit dem von INGAMELLS[9] eingeführten Zinn(II)-oxalat, das im Gegensatz zu Zinn(II)-chlorid in ameisen-oxalsaurem Medium über mehrere Wochen beständige Lösungen ergibt, die besten Ergebnisse erzielt werden. Die folgenden Ausführungen sollen daher auf die unter Verwendung dieser Reduktionslösung gewonnenen Ergebnisse beschränkt werden.

1. Wellenlängenabhängigkeit des p_H-Einflusses bei der Bildung der Heteropolysäure

Für die erzielbare Reproduzierbarkeit ist nach den von uns durchgeführten Messungen die Wellenlängenabhängigkeit des p_H-Einflusses von wesentlicher Bedeutung. In der Abb. 1 (S. 424) sind Absorptionskurven von Silicomolybdänblau wiedergegeben, wobei der beim Aufbau der gelben Heteropolysäure in der Lösung herrschende p_H-Wert als Parameter gewählt ist. Aus den Kurven ersieht man, daß bei abnehmendem p_H-Wert im langwelligen Teil des Spektrums eine zweite Absorptionsbande aufgebaut wird, unter gleichzeitiger Abflachung der kurzwelligeren Bande. Darüber hinaus aber lassen sich zwei für die quantitative Bestimmung sehr wesentliche Befunde ablesen, über die unseres Wissens in der Literatur bisher keine Beobachtungen mitgeteilt worden sind:

a) Das Absorptionsmaximum von Silicomolybdänblau liegt bei 800 mμ. Durch Messung bei dieser Wellenlänge wird an sich die größtmögliche Empfindlichkeit erreicht. Gleichzeitig ist jedoch die Abhängigkeit vom p_H-Wert der Lösung hier am größten, d. h. kleine Schwankungen in der Acidität rufen bereits große Änderungen in der Extinktion und damit Fehler im Meßergebnis hervor! Aus dieser Tatsache dürften sich, da vielfach im Absorptionsmaximum oder dessen unmittelbarer Nähe gemessen wird, bereits manche Schwierigkeiten ungenügender

Reproduzierbarkeit erklären lassen, falls eine hinreichende Konstanz des p_H-Wertes nicht gewährleistet ist.

b) Im Gebiet 710—730 mμ schneiden sich die in Abb. 1 wiedergegebenen Absorptionskurven. In diesem Wellenlängenbereich wird also die Extinktionsmessung gegenüber p_H-Schwankungen weitgehend unempfindlich sein. Bei Routineanalysen, insbesondere dann, wenn eine Säurebehandlung vorausgeht (Metallanalyse), dürfte daher trotz der an sich

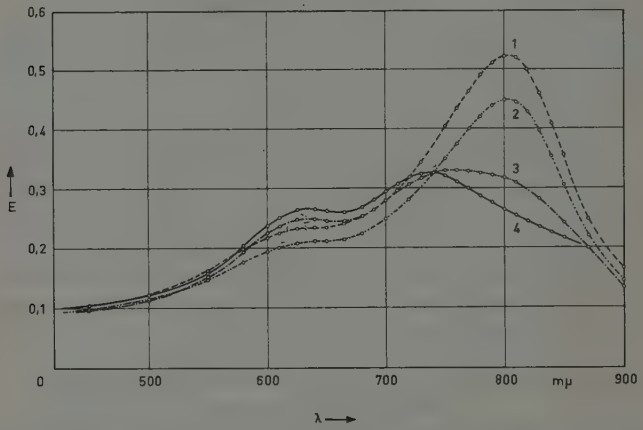


Abb. 1. Absorptionskurven von Silicomolybdänblau in Abhängigkeit von der Acidität bei der Bildung der gelben Heteropolysäure, je 13 μg Si/50 ml. Kurve *1:* p_H = 1,35, Kurve *2:* p_H = 1,67, Kurve *3:* p_H = 3,13, Kurve *4:* p_H = 4,40

um etwa 30—35% geringeren molaren Extinktion eine Messung in diesem Wellenlängenbereich vorzuziehen sein, da der p_H-Einfluß hier auf einen geringen Bruchteil dessen im Absorptionsmaximum (800 mμ) absinkt*.

Auf diese Befunde wird später bei der Anwendung des Verfahrens in der Metallanalyse noch zurückzukommen sein[4].

Alle weiteren Messungen wurden nun bei 730 mμ, sowie zum Vergleich parallel auch bei 800 mμ ausgeführt, wobei zur Konstanthaltung des p_H-Wertes der Lösung (p_H 1,5) bei der Bildung der Heteropolysäure ein Puffer (s. Abschn. IV, S. 429) verwendet wurde.

2. Abhängigkeit von der Molybdatkonzentration

Die Silicomolybdänsäure baut sich aus monomerer Kieselsäure und den Isopolysäuren des Molybdäns auf. Die Abhängigkeit von der

* Auch bei anderen Bestimmungen, bei denen infolge p_H-abhängiger Gleichgewichte mehrgipflige Absorptionskurven auftreten, können natürlich ähnliche Beziehungen erwartet werden.

Konzentration des Molybdatanions ist in der Abb. 2 wiedergegeben. Unter den gewählten Bedingungen ist ein Zusatz von 2 ml 5%iger Ammoniummolybdatlösung (entsprechend 0,081 mMol Ammoniummolybdat) ausreichend für den vollständigen Verlauf der Reaktion innerhalb weniger Minuten (vgl. dazu auch [5, 16]), während bei sehr großen Molybdatkonzentrationen (> 5 ml) eine leichte Abnahme der Extinktion zu beobachten ist.

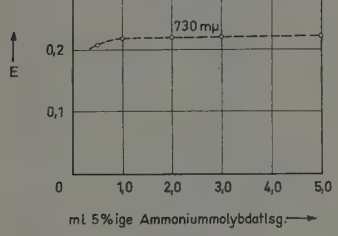


Abb. 2

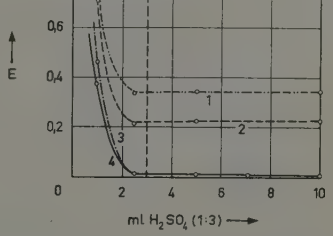


Abb. 3

Abb. 2. Abhängigkeit der Bildung der Silicomolybdänsäure von der Molybdatkonzentration, gemessen nach der Reduktion zu Silicomolybdänblau

Abb. 3. Abhängigkeit der Bildung von „reinem Molybdänblau" von der Acidität bei der Reduktion. *A* Gebiet der Bildung von „reinem Molybdänblau"; *B* Gebiet der Bildung von nur Silicomolybdänblau. Kurve *1:* λ = 800 mμ, Kurve *2:* λ = 730 mμ, 10 μg Si/50 ml; Kurve *3:* λ = 800 mμ, Kurve *4:* λ = 730 mμ, Blindproben

3. Die Reduktion zu Silicomolybdänblau

Die Reduktion der Heteropolysäure muß in relativ stark saurer Lösung erfolgen, da im schwach sauren Gebiet auch Molybdat selbst zu einer blauen Verbindung reduziert wird. Wie Ferrari[5] fand, besteht hierbei offenbar eine Korrelation zwischen Säure- und Molybdat-Konzentration. Nach unseren Messungen, die in der Abb. 3 wiedergegeben sind, muß man für die angegebene Molybdatkonzentration (0,081 mMol) bei einem Endvolumen von 50 ml mindestens 3 ml Schwefelsäure (1:3) anwenden, um die Bildung des störenden „Molybdänblaus" zu verhindern. Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, daß dieses bei ungenügender Säurekonzentration entstehende reine „Molybdänblau" nicht mit der durch Reduktion der Silicomolybdänsäure gebildeten blauen Verbindung („Silicomolybdänblau") identisch ist, wie aus einem Vergleich der Absorptionskurven der beiden Verbindungen in den Abb. 1 u. 4 (S. 426) deutlich hervorgeht. Die in der Literatur vielfach unterschiedslos für beide Verbindungen gebrauchte Bezeichnung „Molybdänblau" ist daher irreführend und sollte nur für das bei der Reduktion von reinem Molybdat entstehende blaue Derivat benutzt werden.

Bei der Reduktion beobachteten wir, daß mit zunehmender Konzentration von Zinn(II)-oxalat eine Verfärbung von reinem Blau nach Grün eintrat, ohne daß die bei 730 bzw. 800 mμ gemessenen Extinktionen beeinflußt wurden (Tab. 1). Eine Weiterverfolgung dieses Effektes ergab, daß mit steigender Zinn(II)-konzentration an der kurzwelligen Absorptionskante ein Ausläufer nach längeren Wellen zu entsteht, so daß ein stärker werdender Gelbanteil die visuelle Verfärbung von Blau nach Grün bedingt. Wie man der Abb. 5 entnimmt, wird die Messung des Silicomolybdänblaus bei Wellenlängen $>$ 620 mμ jedoch selbst bei großem Zinn(II)-oxalatüberschuß in keiner Weise beeinflußt, was auch bereits in Tab. 1 zum Ausdruck kommt. Immerhin wird man einen zu großen Überschuß vermeiden, zumal nach Tab. 1 bereits sehr geringe Zinn(II)-konzentrationen eine vollständige Reduktion bewirken. Der Gelbanteil wird, wie aus Tab. 2 hervorgeht, auch durch die Schwefelsäurekonzentration bei der Reduktion beeinflußt. Da andererseits zur Verhinderung des störenden „reinen Molybdänblaus" eine gewisse Mindestsäurekonzentration erforderlich ist, wird man hier einen Kompromiß schließen müssen.

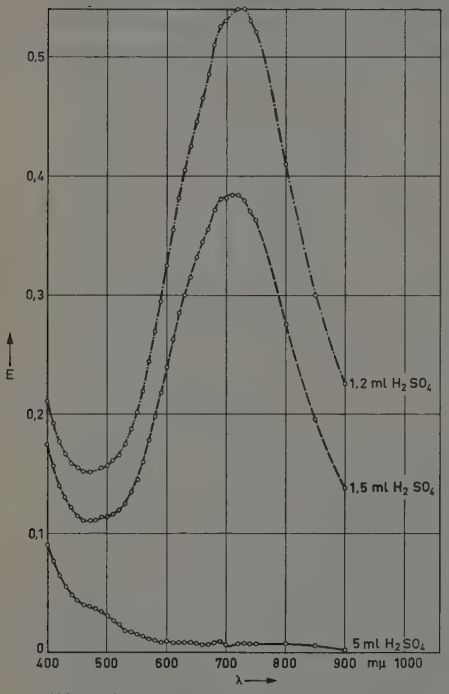


Abb. 4. Absorptionskurven von „reinem Molybdänblau". Reduktion unter gleichen Bedingungen wie bei Silicomolybdänblau. Parameter: Konzentration der Schwefelsäure (1:3) bei der Reduktion

Tabelle 1. *Abhängigkeit der Extinktion von der Zinn(II)-oxalatkonzentration*

Reduktionslösung ml	Extinktion 730 mμ	Bemerkung
0,1	0,216	rein blaue
0,3	0,221	Lösungen
1,0	0,224	
2,0	0,226	blaugrün
5.0	0,224	olivgrün

Wir haben ferner festgestellt, daß die Reduktionswirkung des Zinn(II)-oxalates

nach etwa 4 Wochen von einem Tag zum anderen erlischt. Wohlgemerkt treten keine allmählichen Extinktionsänderungen auf, vielmehr sind die bei wiederholten Bestimmungen gemessenen Extinktionswerte innerhalb dieses Zeitraumes völlig konstant; danach ist aber das Reduktionspotential der Lösung offenbar unter einen kritischen Wert

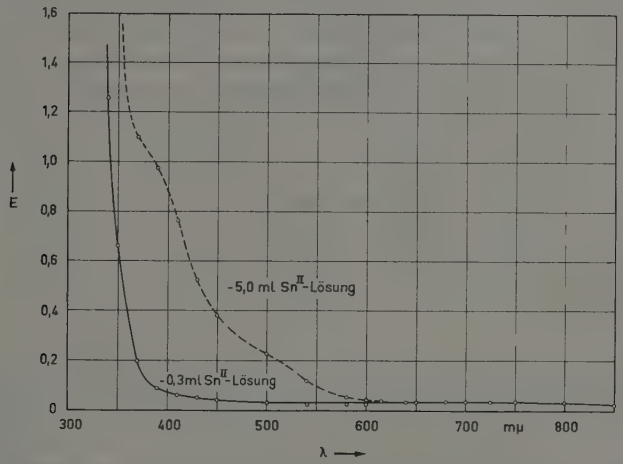


Abb. 5. Veränderung der Absorptionskurven von Blindproben mit zunehmender Zinn(II)-konzentration

Tabelle 2. *Abhängigkeit der „kurzwelligen Absorption" von Blindproben von der Acidität bei der Reduktion*
(Zeitlich inkonstant; gemessen 20 min nach erfolgter Reduktion)

H_2SO_4 (1:3)	Extinktion	
ml	500 mμ	420 mμ
3,0	0,183	0,529
5,0	0,199	0,555
8,0	0,222	0,620
12,0	0,246	0,700
16,0	0,273	0,770

gesunken, so daß überhaupt keine Reduktion der Silicomolybdänsäure mehr eintritt. Dies dürfte den Schluß zulassen, daß bei der Reduktion mit Zinn(II)-oxalat tatsächlich eine definierte Reduktionsstufe erzielt wird. Der Mechanismus der Veränderung der Oxalatlösung hingegen ist bisher nicht bekannt.

Die bei 730 bzw. 800 mμ gemessene Extinktion erreicht etwa 5 min nach erfolgter Reduktion einen über längere Zeit konstanten Endwert. Es empfiehlt sich daher, die Messung etwa 10—15 min nach dem Zinn(II)-oxalatzusatz vorzunehmen.

III. Beeinflussungen

Die Kationen der Leichtmetalle Natrium, Kalium, Ammonium, Magnesium, Calcium und Aluminium haben keinen Einfluß (untersucht bis 2 mg Fremdelement) auf die Siliciumextinktion, Barium und Blei stören infolge Fällung der Sulfate. Die Schwermetalle Nickel, Kobalt, Eisen [Eisen(III) nur bis 2 mg; bei höheren Konzentrationen* tritt ein Ausblassen der blauen Farbe durch Oxydation ein], Kupfer, Mangan verursachen zum Teil bei höheren Konzentrationen eine der Eigenabsorption des betreffenden Schwermetalles entsprechende Erhöhung der Extinktion, die jedoch innerhalb der Fehlergrenzen additiv ist (auch bei extremem Verhältnis, z. B. Ni : Si = 10^4 : 1) und die durch einfache Subtraktion der reinen Schwermetallextinktion bei der betreffenden Wellenlänge eliminiert werden kann. Eine *echte Beeinflussung* der Siliciumextinktion liegt daher bei den genannten Elementen nicht vor. Dies stimmt völlig mit den Ergebnissen von Mullin u. Riley[16] überein, die im Zusammenhang mit der Bestimmung von Silicium in Seewasser den Einfluß verschiedener Elemente untersucht haben. Von den Anionen sind Chlorid und Sulfat ohne Einfluß, Nitrat hingegen stört, indem die Extinktionen zeitlich inkonstant werden (abnehmen); seinen Einfluß kann man mit Amidosulfonsäure beseitigen[15]. Störungen sind auch bei gleichzeitig anwesendem Phosphat und Arsenat zu erwarten, da diese mit Molybdat ebenfalls Heteropolysäuren bilden. Es sind daher bereits verschiedene Vorschläge zur Beseitigung dieser Störungen gemacht worden, etwa durch Maskierung des überschüssigen Molybdates mit Hilfe organischer Oxy- bzw. Polycarbonsäuren[13,16], oder durch Ausnützung der unterschiedlichen Säureempfindlichkeit der einzelnen Heteropolysäuren[3,5,6]. Besonderes Interesse verdienen in diesem Zusammenhang Methoden der Extraktion der Heteropolysäuren mit organischen Lösungsmitteln[7,8,12,19,20,21,23], mit deren Hilfe in besonderen Fällen zwei oder auch drei dieser Elemente nebeneinander bestimmt werden können. Besonders eingehende Versuche zur Extraktion der Silico- und Phosphor-Molybdänsäure sind in neuerer Zeit von Ruf[19] durchgeführt worden.

Indessen ist unter den hier beschriebenen Versuchsbedingungen der Einfluß von Phosphat und Arsenat nur relativ gering. Nach den Ergebnissen der Tab. 3 sind die durch Phosphat bzw. Arsenat hervorgerufenen Extinktionen 40—50mal (P) bzw. 20—25mal (As) geringer als die einer gleichkonzentrierten Siliciumlösung.

Da in ähnlicher Weise wie Molybdat auch Wolframat unter geeigneten Bedingungen mit Kieselsäure Heteropolysäuren zu bilden vermag, sollte auch dessen Einfluß untersucht werden. Hierzu werden folgende Versuche durchgeführt:

* Bei einer vorangehenden Reduktion mit Hydroxylamin können auch noch größere Eisenmengen anwesend sein.

a) In der unter IV. angegebenen Vorschrift wurde das Molybdat durch eine entsprechende Menge Alkaliwolframat ersetzt und die Reduktion mit Zinn(II)-oxalat in entsprechender Weise durchgeführt. Hierbei trat keine Blaufärbung auf, vielmehr entsprach die gemessene Extinktion der einer Blindprobe.

b) Eine Lösung bekannten Siliciumgehaltes wurde mit steigenden Mengen Wolfram (als Alkaliwolframat) versetzt und anschließend die

Tabelle 3. *Einfluß von Phosphat und Arsenat auf die Siliciumbestimmung.* Messung bei 730 mμ

vorgegebenes Si μg	zugesetzt		gefundenes Si		Differenz μg Si zuviel
	Element	μg	Bei Messung nach Minuten	μg	
10	P	100	5	11,6	1,6
10		100	20	12,3	2,3
10		100	30	13,1	3,1
10	As	100	10	14,2	4,2
10		100	20	14,5	4,5

Siliciumbestimmung nach der unter IV. angegebenen Vorschrift ausgeführt. Bei 4 mg Wolfram/50 ml Lösung war noch keinerlei Einfluß meßbar.

Gleichzeitig in der Lösung vorliegendes Wolframat beeinflußt demnach unter den angegebenen Bedingungen die Ausbildung der Silicomolybdänsäure und deren Reduktion nicht. Auf das Verhalten wolframhaltiger Legierungen, bei denen beim oxydierenden Lösen Wolframsäure ausfällt, wird an anderer Stelle[4] noch eingegangen werden.

IV. Eichkurven und Reproduzierbarkeit

Auf Grund der unter II., 1.—3 (S. 423/427) beschriebenen Versuche konnten nun die günstigsten Arbeitsbedingungen für die Aufstellung der Eichkurven festgelegt werden:

Reagentien

a) Silicium-Stammlösung. Sie wird hergestellt durch Aufschmelzen von 0,535 g frisch geglühtem Silicimdioxyd mit der etwa zehnfachen Menge Natriumcarbonat im Platintiegel, Lösen der Schmelze in bidest. Wasser und Auffüllen zu 500 ml. Die Lösung, die — wie auch sämtliche folgenden — in einer Polyäthylenflasche aufbewahrt wird*, enthält dann 0,5 mgSi/ml. Bei der Aufstellung einer Eichkurve wird diese Stammlösung im Verhältnis 1:100 mit bidest. Wasser verdünnt. Diese verdünnte Lösung ist im Gegensatz zu der stärkeren Stammlösung nicht lange haltbar und sollte jeden Tag aus der Stammlösung frisch bereitet werden.

* Beim Aufbewahren alkalischer Lösungen in Glasflaschen werden nach Untersuchungen von Blasius u. Czekay[1] bereits innerhalb kurzer Zeit merkliche Mengen Kieselsäure aus dem Glas gelöst.

b) Pufferlösung. In einem Meßkolben werden 100 ml 2 n Kaliumchloridlösung und 100 ml 2 n Salzsäure miteinander vermischt und mit bidest. Wasser zu 1 l aufgefüllt. Der p_H-Wert dieses Puffers soll bei 0,8 liegen, der p_H-Wert der Analysenlösungen liegt dann nach dem Ammoniummolybdatzusatz bei 1,5.

c) Ammoniummolybdatlösung. 25 g Ammoniummolybdat p.a. werden in bidest. Wasser gelöst und zu 500 ml aufgefüllt

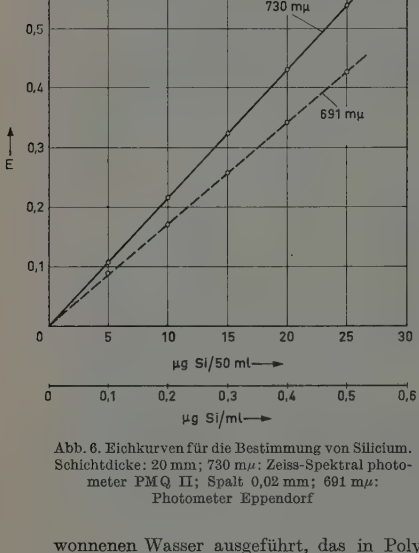


Abb. 6. Eichkurven für die Bestimmung von Silicium. Schichtdicke: 20 mm; 730 mμ: Zeiss-Spektral photometer PMQ II; Spalt 0,02 mm; 691 mμ: Photometer Eppendorf

d) Reduktionslösung[9]. In 240 ml bidest. Wasser werden mit Hilfe eines Rührers gelöst: 4,1 g Oxalsäuredihydrat p.a., 4,0 g Natriumformiat p.a., 2,4 ml Ameisensäure p.a. (98—100%), und 2,12 g Zinn(II)-oxalat.

Das *Zinn(II)-oxalat* wird wie folgt hergestellt: Man löst 35 g Zinn(II)-chloriddihydrat p.a. in 20 ml konz. Salzsäure und verdünnt mit bidest. Wasser zu 100 ml *(Lösung a)*. In 1200 ml bidest. Wasser werden 31 g Oxalsäuredihydrat gelöst *(Lösung b)*. Unter kräftigem Rühren wird nun Lösung a in Lösung b eingegossen. Nach 10 min langem Stehen wird das Salz auf einer Nutsche abgesaugt, mehrmals mit kaltem bidest. Wasser gewaschen und bei 50° C getrocknet.

e) Schwefelsäure. 3 Vol.-Teile bidest. Wasser werden mit 1 Vol.-Teil konz. Schwefelsäure p.a. vermischt.

Alle Untersuchungen wurden mit einem im Quarz-Bidestillator gewonnenen Wasser ausgeführt, das in Polyäthylenflaschen aufgefangen und aufbewahrt wurde. In so vorbehandeltem Wasser war kein Silicium-Eigengehalt mehr meßbar.

Geräte

Die Extinktionsmessungen wurden mit dem Spektralphotometer PMQ II von Zeiss durchgeführt. Die p_H-Messungen erfolgten mit Hilfe des Labor-p_H-Meters von Hartmann & Braun.

Die für die Aufstellung der Eichkurve wie auch für die Analysen benötigten Pipetten und Meßkölbchen sollen *nur* für die Siliciumbestimmung Verwendung finden und insbesondere mit keinerlei alkalischen Lösungen mehr in Berührung gebracht werden.

Aufstellung der Eichkurve

Von einer Silicium-Stammlösung (a) werden aliquote Teile in 50 ml-Meßkölbchen abpipettiert und nach dem Verdünnen mit bidest. Wasser auf etwa 20 ml mit je 10 ml Pufferlösung (b) und 2 ml Ammoniummolybdatlösung (c) versetzt. Es wird gut durchgemischt und 15 min zur Ausbildung der Heteropolysäure stehen gelassen. Man gibt nun 5 ml Schwefelsäure (e) hinzu, *schüttelt gut durch* (sonst kann beim nachfolgenden Reduzieren lokal „Molybdänblau" enstehen) und reduziert

unmittelbar* danach mit 1 ml Reduktionslösung (d). Nach dem Durchmischen wird mit bidest. Wasser zu 50 ml aufgefüllt und nach 10 min die Extinktion gegen Wasser gemessen. In gleicher Weise wird eine Blindprobe angesetzt, die sämtliche angegebenen Reagenszusätze enthält. Die nach Abzug des Blindwertes gewonnenen Extinktionen werden gegen die Siliciumkonzentration aufgetragen. Die Messung erfolgt bei Verwendung eines Spektralphotometers bei 730 mμ, bei einem Filtergerät mit Quecksilberlampe arbeitet man zweckmäßig mit der Hg-Linie 691 mμ, bei der eine merkliche Beeinträchtigung der Reproduzierbarkeit noch nicht zu beobachten ist.

In der Abb. 6 sind Eichkurven für die angegebenen Meß-Wellenlängen wiedergegeben. Wie man sieht, ist das Lambert-Beersche Gesetz innerhalb des angegebenen Konzentrationsbereiches streng erfüllt. Die Eichkurven sind über Wochen hinweg vollständig reproduzierbar. Nur bei einem Neuansatz der Reagenslösungen (insbesondere der Pufferlösung) ist eine Kontrolle der Eichkurven erforderlich. Bei Abwesenheit größerer Mengen an Fremdelementen ist die Reproduzierbarkeit besser als $\pm$ 2% relativ.

In einer weiteren Mitteilung[4] wird über die Anwendung der gewonnenen Ergebnisse für die Siliciumbestimmung in Nickellegierungen berichtet werden.

Zusammenfassung

Die Bedingungen der Bildung der Silicomolybdänsäure und deren Reduktion zu Silicomolybdänblau werden eingehend untersucht. Insbesondere ergibt sich, daß zur Erzielung einer definierten Reduktionsstufe Zinn(II)-oxalat am besten geeignet ist. Aus der Beeinflussung der Absorptionskurven des Silicomolybdänblaus bei Änderung des p_H-Wertes bei der Bildung der gelben Silicomolybdänsäure folgt, daß der p_H-Einfluß stark wellenlängenabhängig ist. Im Gebiet 710—730 mμ beträgt die p_H-Abhängigkeit nur einen Bruchteil der Abhängigkeit im Absorptionsmaximum (800 mμ). Die sich aus den Versuchen ergebenden Folgerungen für die photometrische Bestimmung kleiner Siliciummengen werden diskutiert. Bei Einhaltung der gefundenen optimalen Bedingungen wird eine Reproduzierbarkeit $< \pm$ 2% relativ erreicht.

Bei der Durchführung der Untersuchungen wurde ich von Frl. E. Bauersachs unterstützt.

Literatur

[1] Blasius, E., u. A. Czekay: diese Z. **147**, 1 (1955). — [2] Bochem, J.: Mitt. Vereinig. Großkesselbesitzer **19**, 150 (1952); vgl. auch Schleicher, A., u. J. Bochem: diese Z. **136**, 4 (1952). — [3] Boyd, J. R.: Analyt. Chemistry **24**, 805 (1952); vgl. diese Z. **137**, 458 (1952/53). — [4] Eckert, G.: diese Z. (in Vorbereitung). — [5] Ferrari, C.: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **36/37**, 585 (1951); vgl. diese Z.

* Die Reduktion muß unmittelbar nach dem Säurezusatz erfolgen, da die gebildete Heteropolysäure im Gegensatz zum Silicomolybdänblau in stark saurem Medium nicht ganz beständig ist, vielmehr nach Mullin u. Riley[16] in derartig stark sauren Lösungen eine Zersetzung um 0,5—1% je Minute eintreten kann.

135, 422 (1952). — [6] Ferrari, C., u. P. Lugo: Ann. Sperimentaz. agrar. **7**, 369 (1953) nach: Chem. Zbl. 1950 -54 (2. Sonderbd.) 1195 S. — [7] Filippova, N. J., u. L. J. Kuznecova: Zavodskaja Laborat. **16**, 536 (1950); vgl. diese Z. **137**, 388 (1953). — [8] Huré, J., u. T. Ortis: Bull. Soc. chim. France, Mém. **16**, 834 (1949); Bull. Soc. Chim. biol. (Paris) **31**, 834 (1949); vgl. diese Z. **134**, 144 (1951/52). — [9] Ingamells, C. O.: Chemist-Analyst **45**, 10 (1956); vgl. diese Z. **154**, 72 (1957). — [10] Jander, G., u. H. Witzmann: Z. anorg. allg. Chem. **215**, 310 (1933). — [11] Jean, M.: Chim. analytique **38**, 37 (1956); vgl. diese Z. **154**, 73 (1957). — [12] Kato, T., Y. Okinaka u. K. Oizumi: Techn. Rep. Tôhoku Univ. Sendai Japan **15**, 70 (1950); nach: Chem. Zbl. 1950—54 (2. Sonderbd.) 1195 S. — [13] Kenyon, O. A., and H. A. Bewick: Analyt. Chemistry **25**, 145 (1953); vgl. diese Z. **144**, 221 (1955). — [14] Knudson, H. W., C. Juday and V. W. Meloche: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **12**, 270 (1940); vgl. diese Z. **125**, 194 (1943). — [15] Luke, C. L.: Analyt. Chemistry **25**, 148 (1953); vgl. diese Z. **144**, 218 (1955). — [16] Mullin, J. B., u. J. P. Riley: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **12**, 162 (1955); vgl. diese Z. **148**, 371 (1955/56). — [17] Pfeiffer, H.: s. F. Hein, Chemische Koordinationslehre, Leipzig 1950. — [18] Potter, G. V.: Analyt. Chemistry **22**, 927 (1950); vgl. diese Z. **134**, 65 (1951/52).— [19] Ruf, E.: diese Z. **151**, 169 (1956). — [20] De Sesa, M. A., and L. B. Rogers: Analyt. Chemistry **26**, 1381 (1954); vgl. diese Z. **147**, 127 (1955). — [21] Wadelin, C., and M. G. Mellon: Analyt. Chemistry **25**, 1668 (1953); vgl. diese Z. **144**, 148 (1955). — [22] Weitz, E., H. Franck u. M. Schuchard: Chemiker-Ztg. **74**, 256 (1950). — [23] Yokosuka, S.: Jap. Analyst **5**, 282 (1956); vgl. diese Z. **156**, 205 (1957).

Dr. Georg Eckert, Wernerwerk für Bauelemente der Siemens & Halske A.-G., München 8, St. Martin-Straße 76

Universität Innsbruck und Laboratorium der Chlorat-Chemie GmbH., Werk Zirl, Tirol

Komplexometrische Titration von Chrom(III)-ion in Chromsäurelösungen

Von

R. Weiner und E. Ney

(Eingegangen am 17. Februar 1958)

In einer früheren Mitteilung[1] haben wir über die komplexometrische Titration von Chrom(III)-ionen berichtet. Diese geschieht in der Weise, daß zunächst durch Kochen der Chrom(III)-lösung mit im Überschuß zugegebener, gestellter Lösung des Dinatriumsalzes von Äthylendiamintetraessigsäure (ÄDTA) das sehr beständige Chromchelat gebildet wird, worauf mit einer gestellten Nickelsulfatlösung bei Gegenwart von Murexid als Indicator der Überschuß an ÄDTA zurücktritiert wird. Wir erwähnten in der angeführten Abhandlung, daß die gleichzeitige Anwesenheit von CrO_4^{2-}-Ion neben Cr^{3+}-Ion bei der komplexometrischen Titration nicht stört. Dies ist insofern richtig, als der kräftige Farbumschlag auch bei Gegenwart der gefärbten Chromationen, wenn genügend

verdünnt wird, nicht beeinträchtigt wird. Dagegen stellten wir bei weiteren Untersuchungen, vor allem mit technischen Chrombädern, die Chromsäure etwa in der hundertfachen Menge gegenüber Chrom(III) enthalten, fest, daß beim Kochen der chromsäurehaltigen Lösung mit dem ÄDTA anscheinend eine Reaktion zwischen diesen beiden Substanzen eintritt, wodurch die Analysengenauigkeit mit zunehmendem Chromsäuregehalt zunehmend beeinträchtigt wird. Bei starkem Chromsäureüberschuß versagt das Verfahren in der zunächst angegebenen Form, kann aber durch eine entsprechende Abänderung wieder verwendbar gemacht werden. Die Chromsäure ist vor der Zugabe von ÄDTA aus der Lösung zu entfernen, was auf einfachste Weise mittels Quecksilber(I)-nitrat geschehen kann. Überschüssiges Quecksilber(I)-ion wird durch Chlorionen ausgefällt. Beide Fällungen verlaufen momentan, geben sehr rasch absitzende und wenig voluminöse Niederschläge, die sich daher rasch und ohne Gefahr von Okklusionen filtrieren lassen.

Arbeitsvorschrift. 5 ml der zu untersuchenden Lösung (z. B. ein galvanisches Chrombad mit 300 g CrO_3 und 3 g Cr^{III}/l) werden in einen Meßkolben von 250 ml pipettiert, zur Marke aufgefüllt und hiervon 25 ml zur Analyse entnommen. Im Becherglas wird die Probe nahe zum Sieden erhitzt und zu der schwach sauren Lösung wird Quecksilber (I)-nitratlösung tropfenweise in geringem Überschuß zugegeben, bis bei weiterem Zusatz keine Fällung mehr eintritt und die überstehende Lösung keine Chromatfärbung mehr zeigt. Bei kurzem Aufkochen färbt sich der Quecksilber (I)-chromatniederschlag lebhaft ziegelrot, ballt sich zusammen und kann sofort abfiltriert werden. Wenn erforderlich, wird das auf diese Weise quantitativ gefällte CrO_4^{2-} durch Trocknen und Glühen des Niederschlages zu Cr_2O_3 gleichzeitig gravimetrisch bestimmt. Aus dem Filtrat der Chromatfällung wird abermals bei Siedehitze durch tropfenweise Zugabe von Natriumchloridlösung das überschüssige Quecksilber (I)-ion als Chlorid quantitativ gefällt und nach dem Zusammenballen abfiltriert, was ebenfalls sehr rasch vor sich gehen kann.

Das Filtrat wird mit 5 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung versetzt, 20 min im Sieden erhalten, abgekühlt und in einem Meßkolben auf 250 ml aufgefüllt. 50 ml dieser amethystfarbenen Lösung werden zur Titration entnommen, mit 100 ml Wasser und etwa 5 ml Pufferlösung [p_H 10; 14 g NH_4Cl, 114 ml Ammoniak (D 0,9), Wasser bis 200 ml] versetzt, so daß die Farbe in Blaßblau umschlägt. Dann wird Murexidindicator zugegeben (0,5 g Murexid mit 100 g NaCl trocken verrieben). Die entstehende violette Lösung wird bei etwa 40° C mit 0,01 m Nickelsulfatlösung bis zum Farbumschlag nach Gelb titriert. Im Interesse eines eindeutigen Farbumschlages ist möglichst wenig Indicator zu verwenden. Da die Titrationsreaktion bei der hohen Verdünnung etwas langsam verläuft, ist es zweckmäßig, nach dem Ende der Titration etwas zu warten und eine etwa eintretende, neuerliche schwache Blaufärbung durch weitere Zugabe von Nickelsulfatlösung rückgängig zu machen.

Literatur

[1] Weiner, R., u. E. Ney: diese Z. **157**, 105 (1957).

Prof. Dr. Ing. R. Weiner, Innsbruck, Freisingstraße 3 (Österreich)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Literatur. E. Thilo, *Vorlesungen über allgemeine und anorganische Experimentalchemie.* XII, 359 Seiten mit 73 Abbildungen und 5 Spektraltafeln. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1955.

Das vorliegende Buch gibt den Inhalt einer Einführungsvorlesung über „Allgemeine und Anorganische Experimentalchemie" wieder, die der Verf. vor Studenten der Chemie, der Naturwissenschaften und der Medizin an der Humboldt-Universität zu Berlin gehalten hat. In 60 Stundenbildern werden Ausschnitte aus dem in Betracht kommenden Stoffgebiet in leicht verständlicher Form gebracht. Immer ist das Bestreben sichtbar, die Zuhörer nicht mit einer Fülle von Einzeltatsachen zu belasten, vielmehr das Wesentliche herauszuarbeiten und mit Unterstützung anschaulicher Versuche in einer einfachen klaren Sprache zu erläutern. Es ist sicher, daß der Verf. damit das Ziel erreicht hat, das er selbst als Zweck seiner Einführungsvorlesung angibt, nämlich dem Studenten etwas von dem Geist des naturwissenschaftlichen Denkens zu vermitteln und in ihm die Begeisterung zu erwecken, die allein ihn zu eigenem Denken, zu aktiver geistiger Mitarbeit und schließlich zum Selbststudium anzuregen vermag.

W. Schäfer, *Chemie in Theorie und Praxis. Band II. Anorganische Chemie.* XIX, 395 Seiten mit 208 Bildern. Fachbuchverlag Leipzig, 1954. Preis Hlw. 3,80 DM.

Das in der populärtechnischen Reihe „Wissen und Schaffen" erscheinende Werk „Chemie in Theorie und Praxis" besteht aus 3 Bänden, von denen der vorliegende zweite Band einen Ausschnitt aus der anorganischen Chemie und Technologie bringt. In leichtverständlicher Form werden die Eigenschaften der verschiedenen Elemente und einiger Verbindungen, sowie die Grundgesetze der Chemie und Elektrochemie besprochen. Besonderes Gewicht wird aber auf die praktischen Anwendungen gelegt, die an Hand guter Bilder geschildert werden. Dem Kohlenstoff, der Kohle und den einfachen Kohlenstoffverbindungen ist ein eigenes großes Kapitel gewidmet. Bemerkenswert sind die Lebens- und Leistungsbilder sowie die sprachliche Erklärung der Fachausdrücke am Schluß des Bandes. Im ganzen kann das Werk als gelungener Versuch bezeichnet werden, interessierte Laien, Fachschüler oder Werktätige in die Anfangsgründe der anorganischen und angewandten Chemie einzuführen. A. Kurtenacker

Kalium. *Eine Methode zur volumetrischen Kaliumbestimmung mit Natriumtetraphenyloborat* beschreibt E. D. Schall[1]. Man fällt mit einem Überschuß an eingestellter Kalignostlösung und titriert mit eingestellter Cetyltrimethylammoniumbromidlösung und Bromphenolblau als Indicator zurück. Die Genauigkeit dieser Methode soll größer sein als die anderer volumetrischer oder gravimetrischer Methoden mit Tetraphenyloborat und der Genauigkeit der flammenphotometrischen Kaliumbestimmung entsprechen. — *Ausführung.* Man versetzt 2,5 g des *Düngemittels* mit 50 ml 4%iger NH_4-Oxalatlösung und 125 ml Wasser, kocht 30 min, füllt auf 250 ml auf und filtriert. In einem 50 ml-Meßkolben versetzt man 15 ml

dieser Lösung (weniger als 50% K_2O-Gehalt) mit 2 ml 20%iger Natronlauge und 5 ml 37%igem Formaldehyd. Nach dem Zufügen eines Überschusses Natriumtetraphenyloboratlösung (1 ml 0,1 n Lösung für je 2% K_2O und 2 ml im Überschuß) verdünnt man zur Marke, filtriert nach 5—10 min durch ein trockenes Whatman-Filter Nr. 12 und titriert 25 ml des Filtrates nach Zufügen von 8 bis 10 Tropfen Indicatorlösung (0,04 g Tetrabromphenolsulfonphthalein in 3 ml 0,1 n Natronlauge lösen, auf 100 ml verdünnen) mit gegen die Kalignostlösung eingestellter Cetyltrimethylammoniumbromidlösung (2,5 g Reagens mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt) bis zum Farbumschlag Purpur-Blau.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1044—1046 (1957). Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA). KLAUS BRODERSEN

Eine indirekte photometrische Methode der Caesiumbestimmung durch Fällung mit Wolframkieselsäure im Überschuß und Bestimmung des Fällungsmittelüberschusses mittels der Molybdänblaureaktion haben W. G. KROCHTA und M. G. MELLON[1] ausgearbeitet. — *Ausführung.* Die 6 n salzsaure, caesiumhaltige Lösung wird in einem Meßkolben mit 6 n Salzsäure aufgefüllt, so daß sie 0,1—0,9 mg Cs/ml enthält. 5 ml der Auffüllung pipettiert man in ein 15 ml-Zentrifugenglas, fügt langsam 1,00 ml Wolframkieselsäurereagens (5 g umkrist. $H_4[Si(W_3O_{10})_4] \cdot 24\,H_2O$ in 95 ml 6 n Salzsäure) unter Umschwenken zu und bläst zum Vermischen 2 min lang Luft durch die Lösung. Anschließend läßt man zum Ausbilden und Absitzen des weißen, kristallinischen Niederschlages 35 min stehen und zentrifugiert dann bei etwa 2000 U/min 3 min lang. Man pipettiert 5,00 ml von der überstehenden Flüssigkeit in 25 ml-Meßkolben und gibt unter Umschwenken langsam 8 ml 3 n Natronlauge zu. Der p_H-Wert soll etwa 0,2 betragen. Die Wolframblau-Färbung entwickelt man durch Zusatz von 8 ml 0,2%iger Titantrichloridlösung (1 ml 20%ige $TiCl_3$-Lösung + 1 ml konz. Salzsäure durch Erwärmen klären und auf 100 ml auffüllen; 1 Std bei Luft-, 3 Tage bei CO_2-Atmosphäre haltbar). Man füllt bis zur Marke auf und mißt die Färbung gegen dest. Wasser in 10 mm-Küvetten bei 725 nm. Die Einmeßkurve wird mit steigenden Mengen Caesium-Testlösung (1,33 mg Cs/ml) aufgestellt und erfüllt von 0,133—0,931 mg das Lambert-Beersche Gesetz. Ferner werden die Grenzkonzentrationen der Begleit- und Störelemente festgestellt. Li und Na stören nicht. K, Rb und NH_4^+, Fluoride und Oxydationsmittel müssen abwesend sein. Cu, Fe und Al bleichen den Komplex aus. Der mittlere Analysenfehler wird mit 1,9% angegeben.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1181—1184 (1957). Purdue Univ. Lafayette, Ind. (USA). H. POHL

Kupfer. *Die jodometrische Kupferbestimmung bei Anwesenheit von Citrat* läßt sich nach der Methode von J. F. SCAIFE[1] durchführen. Man versetzt die Probelösung mit 2 ml Essigsäure (1:4), 1 g Kaliumjodid und nach 30 sec mit 2 ml 1%iger Kaliumcyanidlösung und titriert mit Thiosulfatlösung langsam das freigesetzte Jod. Sollte vor dem Äquivalenzpunkt die Reaktion zu langsam gehen, setzt man nochmals etwas Kaliumjodid zu. Die Methode eignet sich zur Kupferbestimmung in Gegenwart aller Kupferkomplexbildner, die lösliche und nicht zu stabile Komplexe bilden.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1224—1225 (1957). Univ. Cambridge (England). KLAUS BRODERSEN

Nach neuen Angaben von E. SOMERS[1] ist die *photometrische Kupferbestimmung mit Bis-cyclohexanon-oxalyldihydrazon*[2,3,4,5] in bezug auf die Geschwindigkeit der Farbentwicklung stark abhängig von dem p_H-Wert der Lösung und der

Ammoniumionenkonzentration. Bei p_H-Werten über 9 ist die Farbentwicklung wesentlich rascher als bei kleineren p_H-Werten. Der Verf. weist darauf hin, daß die schnellere Farbentwicklung bei der Methode nach L. J. A. HAYWOOD und P. SUTCLIFFE[3] nicht auf dem Eisengehalt, sondern auf der höheren Ammoniumionenkonzentration beruht. Bei niedrigeren Ammoniumionenkonzentrationen und p_H 9,5 ist die Farbentwicklung auch dort langsamer.

[1] Chem. and Ind. **1957**, 1068. Univ. Bristol (England). — [2] WETLESEN, C. U., und G. GRAN: Svensk Papperstidn. **52**, 212 (1952). — [3] HAYWOOD, L. J. A., and P. SUTCLIFFE: Analyst **81**, 651 (1956); vgl. diese Z. **157**, 125 (1957). — [4] SOMERS, E., and J. L. GARRAWAY: Chem. and Ind. **1957**, 395. — [5] SUTCLIFFE, P.: Chem. and Ind. **1957**, 667; vgl. diese Z. **160**, 282 (1958). KLAUS BRODERSEN

Die Methode zur jodometrischen Kupfer- und Zinkbestimmung nebeneinander nach S. Z. HAIDER und M. H. KHUNDKAR[1] gibt nach Untersuchungen von C. L. DE LIGNY, A. S. HELLENDOORN, P. J. SEELEN und D. v. WIJNGAARDEN[2] für Kupfer und Zink zu niedrige Werte, die bei Kupfer bis zu —20%, bei Zink bis zu —5% ausmachen können. Die Verff. beschreiben eine abgeänderte Methode, die richtige Ergebnisse liefern soll. — *Ausführung.* Man versetzt die bis zu 1mval Zink und bis zu 3 mval Kupfer enthaltende Probelösung mit Natronlauge, bis eine Trübung entsteht. Die Trübung wird mit einigen Tropfen 25%iger Phosphorsäure entfernt. Man versetzt mit 5 ml 0,8 m Magnesiumsulfatlösung und nach dem Mischen mit 6 g Kaliumjodid je Gramm Kupfer. Das freigesetzte Jod wird mit 0,1 n Thiosulfatlösung unter Zusatz von 2 ml 0,5%iger Stärkelösung vor dem Erreichen des Äquivalenzpunktes titriert. Kurz vor dem Verschwinden der Blaufärbung versetzt man die Lösung mit 1 g Kaliumrhodanid je Gramm Kupfer und titriert aus. Die Fällung wird abfiltriert, mit dest. Wasser und anschließend mit 10 ml 0,3 m Kaliumsulfatlösung gewaschen. Zum Filtrat fügt man in 1 ml-Portionen 0,2 m Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung und titriert das freigesetzte Jod. Die Titration ist beendet, sobald die blaue Farbe innerhalb von 30 sec nicht wiederkehrt. 1 ml 1 n Thiosulfatlösung $\cong$ 0,0990 g Zn.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **12**, 1 (1955); vgl. diese Z. **148**, 206 (1955/56). — [2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 516—519 (1957). Univ. Utrecht (Niederlande). KLAUS BRODERSEN

Gold und Palladium. Aus dem Verlauf der Kurven, die man bei der heterometrischen Titration von Gold(III)- und Palladium(II)-salzen mit Diäthyldithiocarbaminat erhält, schließen M. BOBTELSKY und J. EISENSTADTER[1] auf die Existenz der Verbindungen Pd (Diäth)$_2$ (I), [Au(Diäth)]$^{2+}$ (II), [Au$_2$(Diäth)$_3$]$^{3+}$ (III) und [Au(Diäth)$_2$]$^+$ (IV). I und II sind unlöslich; die gelbe Goldverbindung löst sich aber in Chloroform, Aceton, Methanol und Äthanol, die fleischfarbene Palladiumverbindung in Dioxan, Chloroform und Aceton. — Die Versuche zeigen, daß die heterometrische Bestimmung von Au und Pd nebeneinander und auch bei Anwesenheit von Pt^{IV} möglich ist. — In mineralsaurer Lösung kann nur Gold titriert werden, wobei aber der Palladiumgehalt nicht höher als 20% sein darf. In essigsaurer und schwach alkalischer Lösung dagegen lassen sich beide Metalle ermitteln. Die erste Diskontinuität in der Lichtabsorption entspricht in essigsaurer Lösung der Verbindung II, die zweite der Verbindung I. In schwach alkalischer Lösung (Pufferung mit Na_2HPO_4) werden die Verbindungen IV und I erhalten. — *Ausführung. In mineralsaurem Medium.* Man gibt zu 20 ml der Probelösung mit etwa 1 mg Au (als H[AuCl$_4$]) mindestens 1 ml 1 n Salzsäure und etwa 0,5 g NH_4Cl und titriert mit einer 0,001—0,0015 m Lösung von Diäthyldithiocarbaminat. Die Probelösung kann $PdCl_2$ (bis zu 20% des Au-Gehaltes) sowie H_2PtCl_6 enthalten. — *In*

essigsaurem Medium. Man versetzt 20 ml der Probelösung, die etwa 1 mg Au (als $H[AuCl_4]$) und 1 mg Pd als $PdCl_2$ enthalten soll, mit 1 ml Eisessig und 0,5 bis 1 g NH_4Cl und titriert mit der 0,002—0,006 m Maßlösung. Der p_H-Wert soll zum Schluß bei 3 liegen. — *In schwach alkalischer Lösung.* 20 ml der neutralen Probelösung, die wieder 1 mg Au^{III} und 1 mg Pd^{II} enthalten soll, versetzt man mit 0,5 g NH_4Cl sowie mit 1—2 ml 1 m Na_2HPO_4-Lösung und titriert mit 0,002—0,006 m Maßlösung.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 479—487 (1957). Univ. Jerusalem (Israel). G. Denk

Magnesium und Erdalkalien. *Bei der Titration von Calcium mit dem Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure* (ÄDTA) benutzen N. A. Ramaiah und Vishnu[1] Kupfer(II) und Ammoniak als Indicator. Grundlage des Verfahrens ist die Verdrängung des blauen Kupferamminkomplexes durch ÄDTA am Endpunkte der Calciumtitration. Entscheidend für reproduzierbare Werte ist ein erheblicher Ammoniaküberschuß ($Cu^{II}:NH_3 \approx 1:200$). Die Endpunkte sind im Spektralphotometer (Unicam S.P. 350; $\lambda = 630$ mμ) gut zu erkennen. Sie werden durch allmähliche Zugabe von ÄDTA-Lösung zu den Standardlösungen (etwa 2—10 mMol Ca^{2+} mit gleicher Indicatormenge) durch Extrapolation ermittelt. Weder Ca^{2+} noch der Ca-ÄDTA-Komplex zeigen bei 630 mμ eine merkbare Absorption. Die Genauigkeit der Bestimmung beträgt 2%. Auf die Vorteile einer photometrischen Titration, die gerade in diesem Falle besonders geeignet wäre, gehen die Verff. nicht ein. Die Arbeit enthält ferner Angaben über die Dissoziationskonstanten der in Frage kommenden Komplexverbindungen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 569—573 (1957). Indian Inst. Sugar Technol. Kanpur (Indien). H. Specker

Um Calcium und Magnesium komplexometrisch nebeneinander zu bestimmen, titrieren P. F. Lott und K. L. Cheng[1] zunächst bei p_H 13 das Calcium gegen Calcon oder Zinchrome R (Cl 202) als Indicator und anschließend bei p_H 10 das Magnesium gegen Eriochromschwarz T (Cl 203). Störende Metalle kann man durch Cyanid maskieren oder bei p_H 4 mit Diäthyldithiocarbaminat und CCl_4 extrahieren oder mit Sulfidionen ausfällen. — *Ausführung.* In der Probelösung mit höchstens 0,5 Millimol Ca und Mg stellt man mit 10%iger Natronlauge p_H 13 ein (p_H-Meter), gibt 3 Tr. 10%ige KCN-Lösung, 2 Tr. 1%ige Gelatinelösung und 3 Tr. Indicatorlösung (0,15 g Calcon oder Zinchrome R + 0,2 g Na_2CO_3 in 25 ml Methanol) hinzu und titriert mit einer 0,01 m Lösung von Äthylendiamintetraacetat bis zum Umschlag von Rot nach Blau. Dann fügt man 1—2 ml einer Pufferlösung mit 60 g Ammoniumchlorid und 570 ml konz. Ammoniak im Liter hinzu, kocht einige Minuten, gibt nochmals 1 ml der Pufferlösung dazu und dann 1 Tr. der Indicatorlösung (0,15 g Eriochromschwarz T + 0,5 g Natriumborat in 25 ml Methanol) und titriert heiß bis zum Umschlag von Rot nach Blau.

[1] Chemist-Analyst **46**, 30—31 (1957). Univ. Rolla, Miss. und Westinghouse Electric Corp., E. Pittsburgh, Pa. (USA). G. Denk

Zur Bestimmung von Calcium und Strontium nebeneinander verwenden K. Drekopf und W. Winzen[1] die thermische Zersetzung des Gemisches der Carbonate. Die Verff. wägen eine Probemenge von 150 ± 1 mg ab, erhitzen im Stickstoffstrom von 350 ml/min auf $800° \pm 5°$ C in einem Quarzrohr von 450 mm Länge und mit einem inneren Durchmesser von 9,7 mm und brechen die Erhitzung nach 30 min ab. (Die genaue Zeit ist durch einen Eichversuch unter den gewählten Bedingungen festzulegen.) Bei dieser Behandlung wird das Calciumcarbonat

quantitativ zersetzt, während das Strontiumcarbonat noch praktisch unangegriffen zurückbleibt. Die freigesetzte Kohlensäuremenge entspricht somit der Calciumcarbonatmenge in der Probe, die vor der Bestimmung bei 105° C getrocknet werden muß. Die Genauigkeiten der Bestimmungen liegen bei $\pm 0{,}5\%$ und besser. Voraussetzung ist aber die Abwesenheit von Magnesium und Barium. Sind diese vorhanden, trennt man das Barium als Chromat, fällt sodann Calcium und Strontium als Oxalate und bestimmt im Filtrat das Magnesium als Pyrophosphat. Die Oxalate von Ca und Sr werden nach dem Auswaschen geglüht, der Glührückstand wird wieder gelöst. Hierauf fällt man mit Ammoniumcarbonat, filtriert, wäscht, trocknet bei 105° C und wägt. Dann wird Ca wie oben angegeben bestimmt. Sr ergibt sich aus der Differenz. — Die Originalarbeit enthält genaue Analysenvorschriften.

[1] Brennstoff-Chem. **38**, 208—212 (1957). Westfäl. Berggewerksch.-Kasse, Bochum. KLAUS BRODERSEN

Polarographische Bestimmung des Strontiums. N. M. SELIVANOVA und G. A. ZUBOVA[1] untersuchen die Möglichkeit, Strontium in Konzentrationen, die höher als 0,001 m sind, ohne Zusatz von Alkohol polarographisch zu bestimmen. Die Versuche zeigen, daß bei Verwendung von LiCl oder Tetraäthylammoniumjodid als Grundlösung Maxima auftreten, die durch Zusatz von oberflächenaktiven Stoffen, wie Methylrot und Phenolphthalein nicht unterdrückt werden können. Einzig Gelatine bringt die Maxima zum Verschwinden; mit steigender Konzentration der Sr-Lösung ist eine ebenfalls ansteigende Menge an Gelatine erforderlich. Bei 20 ml 0,005 m $SrCl_2$-Lösung sind dazu 5—10 Tropfen einer 1%igen Gelatinelösung notwendig. Chlorid, Sulfat, Selenat, Acetat (des Sr) sind ohne Einfluß auf die Höhe der Sr-Welle (die der Konzentration proportional ist). Einzig bei Strontiumnitrat verdoppelt sich die Wellenhöhe (in den gleichen Grundlösungen), da das Reduktionspotential des NO_3-Ions mit jenem des Sr-Ions zusammenfällt. Man verwendet daher zur Herstellung der Sr-Standards $SrCl_2$ oder Sr-Acetat (Halbwellenpotential —2,10 V).

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 466—468 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Chem.-technol. Mendelejev-Inst., Moskau. A. v. WILPERT

Zur flammenphotometrischen Bestimmung von Barium in bariumsulfathaltigem Material arbeiten E. PUNGOR und E. É. ZAPP[1] eine Aufschlußmethode aus, um eine von störenden Ionen freie Lösung zu erhalten. Der Aufschluß erfolgt mit Kieselfluorwasserstoffsäure in Gegenwart von Jodwasserstoff- und Oxalsäure. Kiesel- und Flußsäure bilden mit Bariumsulfat Bariumsilicofluorid, Jodwasserstoffsäure reduziert die freigesetzte Schwefelsäure und Oxalsäure wandelt Bariumsilicofluorid in Bariumcarbonat um. — *Ausführung.* 0,01—0,02 g Bariumsulfat enthaltendes Material wird in einer Platinschale mit 0,05 g Siliciumdioxyd, 3 ml 70%iger Jodwasserstoffsäure, 3 ml 40%iger Flußsäure und 0,5 g Oxalsäure auf dem Wasserbad eingetrocknet, mit je 3 ml Flußsäure und Jodwasserstoffsäure nochmals eingedampft und schließlich auf dem Sandbad $^1/_2$ Std auf 200—300° C erhitzt. Der Rückstand wird in 20%iger Salzsäure gelöst. Die nur Chloride enthaltende Lösung wird im Flammenphotometer zerstäubt und die Emission des Bariums am besten bei 870 mμ gemessen. Wenn man ohne Nebelkammer arbeitet, ist die mit Bariumchlorid aufgenommene Eichlinie eine Gerade. Die besten Ergebnisse — mit einem mittleren Fehler von 2,25% — liefern Lösungen deren Bariumkonzentration 10^{-4} bis 10^{-2} mol/l beträgt. Silicate sind meist aluminiumhaltig und Aluminium vermindert infolge Bildung von Bariumaluminat die Bariumemission. Diese Störung wird am besten durch Zugabe von viel Aluminiumchlorid zur Versuchs- und Standardlösung vermieden. Jodwasserstoffsäure enthält oft Phosphorsäure, welche

die Emission ebenfalls vermindert, doch diese Störung wird mittels Aluminiumchlorid, infolge Bildung von Aluminiumphosphat ebenfalls behoben.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 188–191 (1957) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.-fass.) Univ., Budapest (Ungarn). J. Plank

Beiträge zur Bestimmung von Cyanokomplexe bildenden Metallen über Bromcyan. Auf Grund der früher ausgearbeiteten Methode[1] versuchen E. Schulek, E. Kőrös und J. Kéthelyi[2] die Bestimmung einiger Cyanokomplexe bildender Metalle über Bromcyan. Es werden die Cyanokomplexe von *Zink*, *Cadmium*, *Nickel* und *Kupfer* untersucht. Vorbedingung der Bestimmung über Bromcyan ist die Irreversibilität des gebildeten Komplexes und das Entstehen einer Verbindung bestimmter Zusammensetzung nach dem Abbau. Der Cyanidüberschuß wird mit Formaldehyd entfernt, bzw. mit Borsäure verkocht. Die Menge des freigesetzten Metallions wird komplexometrisch, das an das Metallion gebundene Cyan mit der Bromcyanmethode bestimmt. Die Zink- und Cadmiumkomplexe sind reversibel, nach Behandeln mit Formaldehyd bzw. Kochen mit Borsäure wird das Metallion aus dem Komplex frei, komplexometrisch wird die ganze Menge erfaßt und mittels Bromcyan kann kein Cyan nachgewiesen werden. Der Nickelcyanokomplex ist sehr stabil, wird durch Formaldehyd nicht, wohl aber durch Borsäure zersetzt. Die Bestimmung kann auf 1–2% genau ausgeführt werden. Der Kupfer(I)-cyanokomplex ist zwar sehr stabil, die Behandlung mit Borsäure führt aber zu keinem bestimmten Cu^+/CN^- Verhältnis. Mit Formaldehyd ist die Bestimmung auf einige Prozente genau ausführbar.

[1] Schulek, E.: Mikrochemie, Sonderband Emich-Festschrift 260 (1930). — [2] Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 229–232 (1957) [Ungarisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ., Budapest. J. Plank

Cadmium. *Über den Nachweis des Cadmiums mit p-Nitrophenyldiazoaminoazobenzol (Cadion)* hat V. P. Razumova[1] neue Versuche angestellt. Das nach F. P. Dwyer[2] hergestellte und in alkalisch-alkoholischer Lösung (600 ml Alkohol + 2 Tropfen konz. Ammoniak) durch mehrfaches Sieden mit Tierkohle gereinigte Reagens beginnt bei 192° C sich zu zersetzen, schmilzt bei 197° C, ist in Wasser unlöslich, wenig löslich in Alkohol, besser in Benzol und Aceton, am besten im Äther-Alkoholgemisch, dem einige Tropfen NH_3-, KOH- oder NaOH-Lösung zugesetzt sind, wobei eine himbeerrote, fast violette Farbe entsteht. Mineralsäuren zersetzen Cadion rasch, verdünnte Essigsäure zeigt keine Einwirkung. Beim Einleiten von CO_2 in die alkalisch-alkoholische Lösung schlägt die Farbe in Gelb um, dann fällt ein gelber Niederschlag aus, der sich bei Zusatz von KOH wieder violett löst. Die Cadionlösung bildet mit Cd^{2+} eine orangefarbige Verbindung, mit Mg eine blaue. Bei der chromatographischen Analyse der Cadionlösung über Al_2O_3 erhält man ein gelbes, ein orange und ein violettes Eluat (ein mehrfarbiges also wie mit einem Universal-Indicatorgemisch aus 4 Indicatoren). Wird die Cadionlösung durch ein chromatographisches Gemisch von Al_2O_3 und $Cd(OH)_2$ filtriert, so erhält man 4 Schichten: blau, rotorange, orange und gelb. Durch langes Extrahieren mit Äther wird Cadion herausgelöst, Cd jedoch bleibt beim Al_2O_3: die Reaktion Cd-Cadion ist daher von adsorptiver Art. Cadion besteht in der alkalisch-alkoholischen Lösung in 3 Formen: gelb (p_H 5–13), rot und blau (p_H > 11,65). Die Reaktion mit Cd (orange) ist eine Adsorptionsverbindung der roten und gelben Cadionform mit dem Cd.

[1] Ž. obšč. Chim. **27**, 1433—1438 (1957) [Russisch]. Polytechn. Inst., Leningrad. — [2] Austral. chem. Inst. J. Proc. **4**, 26 (1937); vgl. diese Z. **116**, 130 (1939). Über das Cadion siehe auch E. Fisher, B. T. Estes und J. E. Rose, Analyst **78**, 729 (1953); vgl. diese Z. **144**, 137 (1955). A. v. Wilpert

Die mikroheterometrische Bestimmung von Cadmium mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat wird von M. Bobtelsky und R. Rafaloff[1] nach der früher beschriebenen Methode[2] durchgeführt. Man versetzt 20 ml der wäßrigen Lösung (mit etwa 0,5 mg Cd) mit 3—10 ml 1 m Trinatriumcitratlösung sowie 1 ml konz. Ammoniak und titriert mit einer etwa 0,0025 m Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung. Die Bestimmung kann in 10—15 min mit einem Fehler von weniger als 1% durchgeführt werden und wird selbst von großen Mengen (99—99,9%) folgender Kationen nicht beeinflußt: Mg^{2+}, Ca^{2+}, Ba^{2+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}, Al^{3+}, Cr^{3+}, Fe^{3+}, Sb^{3+} und Pb^{2+}. Bei Gegenwart von Chrom muß jedoch Natriumacetat und bei Antimon Kaliumtartrat als Komplexbildner benutzt werden. Ni, Co, Cu und Hg stören die Bestimmung auch in niedrigen Konzentrationen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 267—270 (1957). Univ. Jerusalem (Israel). — [2] Bobtelsky, M., und R. Rafaloff: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **15**, 457 (1956); vgl. diese Z. **156**, 456 (1957) und dort angegebene weitere Literatur.

Klaus Brodersen

Bor. C. A. Lucchesi und D. D. de Ford[1] beschreiben ein gravimetrisches Verfahren zur Bestimmung von 125—250 mg Borsäure als *Nitrontetrafluoroborat* nach Überführung in Tetrafluorborsäure. Die Genauigkeit beträgt ± 1,1%. Die neue Methode bietet gegenüber der üblichen acidimetrischen Borsäurebestimmung den Vorteil, daß andere Säuren die Bestimmung nicht stören. Dagegen stören Anionen, die mit Nitron eine Fällung ergeben, z. B. Nitrat, Perchlorat, Jodid, Rhodanid, Chromat, Chlorat, Bromid. Die üblichen Redoxmethoden zur Umgehung dieser Störungen sind anwendbar. — *Ausführung.* In einem 250 ml-Polyäthylenbecher verdünnt man die Borsäurelösung auf 60 ml, fügt 15 ml Nitronlösung (37,5 g in etwa 250 ml 5%iger Essigsäure) und 1—1,3 g 48%ige Flußsäure zu, läßt 20 Std bei Zimmertemperatur und anschließend 2 Std im Eisbad stehen, filtriert, wäscht mit 5 mal 10 ml-Portionen einer gesättigten Nitrontetrafluoboratlösung, trocknet 2 Std bei 105—110° C und wägt. Die Umrechnungsfaktoren sind: für Borsäure 0,1545, für Bor 0,02704.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1169—1171 (1957). Northwestern Univ., Evanston, Ill. (USA).

Klaus Brodersen

Die fluorimetrische Bestimmung von Bor als Komplexverbindung mit Benzoin wurde von Ch. E. White und D. E. Hoffman[1] untersucht. Der Komplex, der äquimolare Mengen Bor und Benzoin enthält, ist empfindlich gegen längere UV-Bestrahlung, die Beständigkeit ist in starkem Maße von alkalischer Pufferung abhängig. Eine größere Anzahl von Puffersubstanzen und Lösungsmitteln wurde geprüft. Unter ihnen erwiesen sich Glycinpuffer nach Clark (p_H 12,8) und Isopropylamin dem früher[2] benutzten Natriumhydroxyd überlegen. Mit Äthanol als Lösungsmittel ergab sich die höchste Fluorescenzintensität. Sie erreicht unter diesen Bedingungen ihr Maximum nach 5—10 min und bleibt dann für weitere 20 min konstant, insbesondere, wenn die Probe nur während der Messung der UV-Strahlung ausgesetzt wird. — Die Fluorescenzbande liegt zwischen 450 und 520 mμ, die optimale Anregung bei 370 (310—400) mμ. Die Erfassungsgrenze, die durch den Blindwert der Reagentien bedingt wird, beträgt etwa 1 μg. — *Arbeitsvorschrift.* 1 ml (neutrale!) Borlösung (1—25 μg B), 0,5 ml Wasser, 0,5 ml Glycinpuffer p_H 12,8, 15 ml Äthanol und 3 ml 0,5%ige alkoholische Benzoinlösung werden — in dieser Reihenfolge — gemischt und mit Äthanol auf 25 ml aufgefüllt. Die Fluorescenzintensität wird nach 5—25 min relativ zu einem Standard (Chininsulfat) gemessen. Die Anregung erfolgt mittels Hg-Lampe mit Filter 310—400 mμ (z. B.

„Corning Nr. 5860") nur während der Messung; als Empfänger dient im Photomultiplier 1P28 mit Filter 460—510 mμ (z. B. Wratten B2 oder 2A).

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1105—1108 (1957). Univ. Maryland, College Park, Md. (USA). — [2] WHITE, Ch. E., A. WEISSLER und D. BUSKER: Analyt. Chemistry **19**, 802 (1947). G. BERGMANN

Thermische Zersetzung der Chelate der Seltenen Erden mit den 5,7-Dihalogen-8-hydroxychinolinverbindungen. W. W. WENDLANDT[1] berichtet im Zusammenhang mit früheren ähnlichen Untersuchungen[2] über die Pyrolyse der *Chelate von La, Ce, Pr, Nd, Sm* und *Y mit 5,7-Dichloroxin* (DCOx), *5,7-Dibromoxin* (DBOx) und *5,7-Dijodoxin* (DJOx). Die Chelate werden durch Fällung der mit Ammoniumacetat gepufferten Metallchloridlösungen mit 1%iger DCOx-, 0,5%iger DBrOx-Lösung in Aceton bzw. 0,5%iger DJOx-Lösung in Dioxan bei Raumtemperatur als gelbe Niederschläge erhalten. Der Ce^{III}-Niederschlag wird beim Stehen an der Luft infolge Oxydation purpurfarben. Die Untersuchung der Niederschläge erfolgt nach 24stündigem Trocknen an der Luft bei Raumtemperatur auf der früher[3] beschriebenen Thermowaage (Erhitzungsgeschwindigkeit 4,5° C/min). Alle Niederschläge besitzen vor dem Erhitzen die Zusammensetzung $Me(D \cdot Hlg \cdot Ox)_3$, nur die dunkel purpurfarbenen Cerchelate enthalten das Metall vierwertig und entsprechen der Formel $Ce(D \cdot Hlg \cdot Ox)_4$. Die wichtigsten Untersuchungsergebnisse sind: Alle Chelate der substituierten Oxinderivate sind wesentlich unbeständiger als die entsprechenden Verbindungen mit unsubstituiertem Oxin[4]. Die thermische Beständigkeit nimmt für das gleiche Metall in der Reihenfolge Oxin $\gg$ DCOx $\gg$ DJOx $>$ DBOx $>$ 2 Methyloxin[5] ab. Bei den Verbindungen mit dem gleichen chelatbildenden Reagens besteht folgende Reihenfolge abnehmender thermischer Stabilität La $>$ Ce $>$ Pr $>$ Nd $>$ Sm $>$ Y, nur bei den DBOx- und DJOx-Chelaten nimmt die Stabilität von Sm zu Y etwas zu. Die Temperaturen der beginnenden Zersetzung liegen im Bereich 65—125° C, die Zusammensetzung der Oxyde wird zwischen 395 und 805° C erreicht [die niedrigste Temperatur gilt für $Ce(DJOx)_4$, die höchste für $Y(DCOx)_3$].

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 428—433 (1957). Techn. College, Lubbock, Texas (USA). — [2] Vgl. u. a. diese Z. **161**, 203 364, 444 (1958). — [3] WENDLANDT, W. W.: Analyt. Chemistry **27**, 1277 (1955); vgl. diese Z. **150**, 227 (1956). — [4] WENDLANDT, W. W.: Anal. chim. Acta **15**, 109 (1956); vgl. diese Z. **155**, 361 (1957). — [5] WENDLANDT, W. W.: Anal. chim. Acta (im Druck). A. KURTENACKER

Die Bestimmung von vierwertigem Cer neben Dichromat, Vanadat und einigen anderen oxydierenden Anionen gründen L. MRÁZ, V. SIMON und J. ZÝKA[1] auf die Umsetzung mit zweiwertigem Mangan entsprechend der Gleichung: $2\,Ce^{4+} + Mn^{2+} + 2\,H_2O = 2\,Ce^{3+} + MnO_2 + 4\,H^+$. Die Reaktion verläuft quantitativ in einer Lösung, die maximal 1 n, minimal 0,2—0,4 n schwefelsauer ist. In stärker schwefelsaurer Lösung entsteht der Niederschlag von manganiger Säure langsam oder gar nicht, in zu schwach saurer Lösung hydrolysiert das Cer(IV)-salz. Die entstandene manganige Säure kann komplexometrisch oder reduktometrisch mit Hydrochinon[2] bestimmt werden. Leicht hydrolysierbare Metallsalze stören. — *Ausführung.* In der 50—200 mg Cer(IV)-salz enthaltenden Lösung stumpft man die Acidität auf 0,2—0,4 n Schwefelsäure ab, gibt 20 ml gesätt. K_2SO_4-Lösung zu (das Gesamtvolumen der Lösung soll 30—40 ml nicht übersteigen), erhitzt zum Sieden und versetzt mit 20 ml 0,1 n $MnSO_4$-Lösung. Man kocht auf, läßt abkühlen und filtriert durch ein Blaubandfilter. Zur Bestimmung des Mangans durchsticht man das Filter, spült den Niederschlag mit wenig Wasser in einen Kolben, löst die

Niederschlagsreste vom Filter mit 4 n Schwefelsäure und 5—15 ml 0,1 n Hydrochinonlösung, spült nach und titriert den Hydrochinonüberschuß nach dem Lösen des Gesamtniederschlages und Verdünnen auf 2 n Schwefelsäure mit 0,1 n $Ce(SO_4)_2$-Lösung potentiometrisch oder visuell (Ferroin als Indicator) zurück. Man kann auch direkt auf dem Filter in Hydrochinonlösung lösen und wie angegeben zurücktitrieren, erhält dabei aber immer um einige Prozente zu niedrige Resultate. Zur komplexometrischen Titration löst man den vom Filter gespülten Niederschlag in Hydroxylaminsulfatlösung, fügt einen Überschuß an 0,1 m ÄDTA-Lösung zu, bringt mit 3,5 ml Ammoniakpuffer auf p_H 10 und titriert mit 0,1 m $MgSO_4$-Lösung (Eriochromschwarz T als Indicator) zurück. Die Analysenfehler betragen bei Anwendung von 70—140 mg Ce^{4+} maximal etwa $\pm$ 4%.

[1] Chem. Listy **51**, 1828—1831 (1957) [Tschechisch]. Univ. Prag. — [2] Simon, V., und J. Zýka: Chem. Listy **49**, 1646 (1955); vgl. diese Z. **152**, 451 (1956).

A. Kurtenacker

Den qualitativen Nachweis von Cer, Thorium, Blei, Calcium, Strontium und Barium nach dem Analysengang ohne Schwefelwasserstoff von H. El-Badry, F. R. M. McDonnell und C. L. Wilson[1] haben J. K. Thompson und C. L. Wilson[2] auf die *qualitative Analyse im Mikrogrammbereich* ausgedehnt. Die obengenannten Elemente werden als 3. Gruppe zusammengefaßt. In einem Übersichtsschema geben die Verff. die Abänderungen gegenüber dem Analysengang im Milligrammbereich an. Die wichtigsten Änderungen betreffen: Titan und Zirkonium, die im Mikrogrammbereich bei Gruppe IV auftreten; die Auflösung der Cerfällung in verdünnter Salzsäure anstelle von Wasser; die Fällung des Calciums als Oxalat anstelle der Fällung als Carbonat. Die Überführung des Bariumsulfats in Bariumcarbonat erfordert längere Zeit als im Milligrammbereich.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **4**, 440 (1950); vgl. diese Z. **134**, 117 (1951/52). — [2] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 334—340. Queens Univ. Belfast (Nord-Irland).

Klaus Brodersen

Europium läßt sich nach Tiao-Hsü Chang[1] von anderen Seltenen Erden quantitativ abtrennen, wenn man es in essigsaurer Lösung an Platinkathoden reduziert und in Gegenwart von 8-Hydroxychinolin-5-sulfonsäure als $H_2[Eu(C_9H_5NOSO_3)_2] \cdot 4\,H_2O$ fällt. — *Arbeitsweise.* Man löst 1 g der durch Oxalat-Sulfatfällungen an Samarium, Europium und Gadolinium angereicherten Probe in der benötigten Menge Salpetersäure und versetzt mit 100 ml einer mit Ammoniak neutralisierten Lösung von 4 g 8-Hydroxychinolin-5-sulfonsäure. Die Mischung versetzt man mit etwas Essigsäure, bringt sie in einen Platintiegel, der als Kathode dient, und hängt einen porösen Porzellantiegel, der 10%ige Ammoniumnitratlösung und eine Platinanode enthält, in die Lösung. Man elektrolysiert bei Zimmertemperatur mit 12 V bei 0,02 A/cm². Nach 4 Std hat sich im Platintiegel eine gewisse Menge des Europium-Hydroxychinolinsulfonates abgeschieden, die sich nach 12 Std nicht mehr vergrößert. Man filtriert, wäscht mit Wasser und trocknet nach Waschen mit Alkohol und Äther bei Zimmertemperatur. Spektroskopisch konnten maximal 1—2% Samarium als einzige Verunreinigung nachgewiesen werden.

[1] J. Chin. chem. Soc., Ser. 2, **3**, 23—29 (1957). Nation. Taiwan Univ. (China).

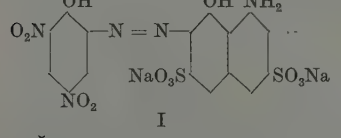
Klaus Brodersen

Die elektrolytische Galliumbestimmung nach E. Reichel[1] läßt sich nach Angabe von H. Terrey und J. Thabit[2] wesentlich verbessern, wenn man die Platinkathode vorher verkupfert. Man kann auch der Galliumlösung etwas Kupfersulfatlösung zusetzen und dann elektrolysieren, weil das Kupfer als edleres Metall zuerst

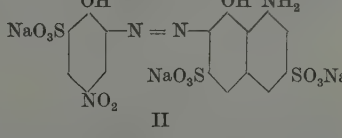
abgeschieden wird. In jedem Falle wird in natronalkalischer Lösung zunächst bei 2 V, anschließend bei höherer Spannung, so daß 4—5 A fließen, elektrolysiert. Will man ohne Zusatz von Kupferlösung das Gallium elektrolytisch abscheiden, so setzt man der Probe 10 ml 5 n Natronlauge und 3—5 g Ammoniumsulfat zu und bringt das Volumen auf 75 ml. Da man bei 4—5 A elektrolysieren muß, erübrigt sich eine Erwärmung der Lösung. Das abgeschiedene Gallium wird bei nicht zu hoher Temperatur (Schmelzpunkt des Galliums = 29,5° C) getrocknet und gewogen. Es läßt sich mit heißer, verdünnter Salpetersäure wieder von der Platinelektrode entfernen.

[1] Diese Z. **87**, 321 (1933). — [2] J. chem. Soc. (London) **1957**, 3064—3066. W. Ramsey & R. Forster Labs., Univ. College London (England). KLAUS BRODERSEN

Indium. I. M. KORENMAN, F. R. ŠEJANOVA und R. V. ROŠČINA[1] haben Alizarin, Chinalizarin, Gallein, Gallocyanin sowie 12 Azofarbstoffe in bezug auf die Bildung von *Farbreaktionen mit Indium* geprüft. Die untersuchten Azofarbstoffe enthalten (mit einer Ausnahme) je einen Benzol- und Naphthalinring, die durch die Azogruppe verbunden sind. Die beiden Ringteile sind durch verschiedene Gruppen substituiert (OH, NO_2, NH_2, SO_3Na, Cl, COONa, $NHCOCH_3$). Es zeigt sich, daß für das Auftreten einer Farbreaktion mit In (in 2 n Essigsäure) außer den Gruppierungen —OH—SH = O und —OH—SH—COOH noch das Vorhandensein einer Nitrogruppe in p-Stellung zur OH-Gruppe oder in m-Stellung zur Azogruppe wesentlich ist. Azofarbstoffe mit NO_2 in o-Stellung zur Azogruppe geben keine Farbreaktionen mit Indium. Soweit Reaktionen eintreten, finden sie im p_H-Bereich 2—10 statt, am empfindlichsten bei p_H 5. Die Farbstoffe reagieren auch mit anderen Ionen, jedoch nur in ganz wenigen Fällen mit größerer Empfindlichkeit. Besonders empfindlich reagieren mit In u. a. die Reagentien I und II (Blaufärbung), ferner Gallocyanin und Chinalizarin. I reagiert sehr empfindlich mit Co, während II den Nachweis des In in Anwesenheit ziemlich großer Mengen fremder Metallionen ermöglicht.



I



II

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 476—480 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lobačevskij-Univ., Gorkij. A. v. WILPERT

Die direkte Titration von Thiocyanat führt M. J. JOSHI[1] in salzsaurer Lösung auf Grund der Reaktion mit Kaliumjodat durch: $2KSCN + 3KJO_3 + 4HCl = 2K_2SO_4 + KCl + 2HCN + 3JCl + H_2O$. Der Titrationsendpunkt wird entweder potentiometrisch oder unter Verwendung von Tetrachlorkohlenstoff zum Ausschütteln visuell als Entfärbung der organischen Phase ermittelt. Man erhält genaue Resultate, wenn optimale Reaktionsbedingungen eingehalten werden (die Testlösung muß gegen Ende der Titration 1,5 bis 3 n salzsauer sein). Bei elektrometrischer Endpunktsbestimmung soll die Titration möglichst schnell unter ständigem Rühren ausgeführt werden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 288—290 (1957). Banaras Hindu Univ., Banaras (Indien). K. MACHNER

Über die Bestimmbarkeit des Siliciums als Silicovanadatmolybdatkomplex in Gegenwart von Phosphor, Eisen, Kupfer, Mangan und Titan stellte V. N. GALACHOVA[1] Versuche an. Lösungen von Natrium-pyrophosphat, -orthophosphat, -silicat

und der Salze von Cu, Fe, Mn und Ti wurden mit 2,5 ml 1%iger Citronensäure- und 2,5 ml 5%iger Ammoniummolybdatlösung gemischt. Nach 5 min setzte man 3,4 ml 4%ige Schwefelsäure, 1 ml 1%ige Natriumvanadatlösung und 1 ml 5%ige Natriumthiosulfatlösung hinzu; nach weiteren 15 min wurde die Lösung mit 17,5 ml Glycerin-Sodalösung (6 g wasserfreie Soda in 60 ml Wasser unter Zusatz von 10 ml Glycerin) alkalisch gemacht und auf 50 ml mit Wasser verdünnt. Nach einer gewissen Zeit (25 min bis 6 Std) wurde die Lichtabsorption im Pulfrich-Photometer (mit Lichtfilter S 66) gemessen und dadurch die Stabilität des Si-V-Mo- und P-V-Mo-Komplexes ermittelt. Es zeigt sich, daß die Anwesenheit von mehr als 0,5 mg Phosphor die Bestimmung von Silicium unmöglich macht, da dann beide Komplexverbindungen teilweise bis vollständig zerstört werden (es tritt völlige Entfärbung der Lösung ein). Anwesenheit von Fe erhöht die Stabilität des P-Komplexes, begünstigt jedoch den Zerfall des Si-Komplexes, der auch von Ti (und in minderem Maße durch Mn und Cu) zerstört wird, sofern Si und P im Gemisch enthalten sind. Daher ist die Bestimmung geringer Si-Mengen in Anwesenheit dieser 4 Metallionen (und von P) nicht mit Sicherheit durchführbar.

[1] Ž. anal. Chim. **12**, 499—503 (1957) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Med. Inst., Stalino, Donbass. A. v. Wilpert

Zirkonium-Äthylendiamintetraacetat-Komplexe haben M. Bobtelsky und R. Rafailoff[1] durch heterometrische Titrationen bei verschiedenen p_H-Werten zwischen 1 und 7 untersucht. Die Verff. geben an, daß sich außer dem bekannten löslichen Komplex, der 1 Mol Zr je 1 Mol ÄDTA enthält, noch folgende weitere Komplexe bilden: (ÄDTA = Ä) $Zr_3Ä_2$, $Zr_2Ä$, $Zr_3Ä$, $Zr_4Ä$ und $Zr_6Ä$.— Titriert man bei p_H 1 eine ÄDTA-Lösung mit Zirkoniumnitratlösung, so bilden sich nacheinander die Komplexe: ZrÄ, $Zr_3Ä$ und $Zr_4Ä$. Bei p_H 3 bildet sich nur der $Zr_3Ä$-Komplex. Wird bei p_H 5 titriert, so bilden sich nacheinander der $Zr_3Ä$- und der $Zr_4Ä$-Komplex; bei p_H 7 tritt nur der $Zr_4Ä$-Komplex auf. — Bei den umgekehrten Titrationen (Zr-Lösung mit ÄDTA-Lösung) bilden sich nacheinander die Komplexe: bei p_H 5—7: $Zr_6Ä$ und $Zr_3Ä$; bei p_H 2,3: $Zr_3Ä$ und $Zr_3Ä_2$.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 308—313 (1957). Hebrew Univ., Jerusalem (Israel). Klaus Brodersen

Thorium. W. W. Wendlandt[1] hat weitere zur gewichtsanalytischen Thoriumbestimmung vorgeschlagene Thoriumverbindungen auf der Thermowaage in bezug auf ihre Beständigkeit beim Erhitzen untersucht[2]. Von den neu geprüften, durch Fällung erhaltenen Niederschlägen haben das *Anisat, Camphorat, m-Jodbenzoat, α-Naphthalinacetat, o-Toluat* und *Vanillat* die Zusammensetzung der normalen Salze. Die lufttrockenen Niederschläge lassen sich in der angegebenen Reihenfolge bis zu den folgenden Temperaturen ohne Gewichtsverlust erhitzen: 255°, 50°, 300°, 280°, 185°, 310° C. Die Oxydstufe wird bei 475°, 475°, 540°, 530°, 440°, 385° C erreicht. Die folgenden Thoriumniederschläge haben die Zusammensetzung von basischen Salzen; in den Klammern sind die Temperaturen des ersten Zerfalls (erste Zahl) und die Temperaturen, bei denen die Oxydstufe erreicht wird (zweite Zahl) angegeben: *Succinat* (55°, 600° C), *o-Chlorbenzoat* (100°, 505° C), *Adipat* (85°, 450° C), *p-Aminobenzoat* (75°, 465° C).

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 295—299 (1957). Technical College, Lubbock, Texas (USA). — [2] Wendlandt, W. W.: Analyt. Chemistry **29**, 800 (1957); vgl. diese Z. **159**, 302 (1958). A. Kurtenacker

Nach E. Picciotto und S. Wilgain[1] kann *Thorium* bis herab zu 10^{-9} g durch die Sternchen bestimmt werden, die *in einer photographischen Emulsion auf Grund der α-Strahlung des Radiothoriums* entstehen. Die Thoriumverbindung wird durch

Ionenaustauscher oder durch Extraktion mit organischen Lösungsmitteln abgetrennt. Dann wird die möglichst neutrale Lösung, der noch 0,1 m Natriumcitratlösung zugesetzt wird, etwa 100 Tage mit der photographischen Schicht zusammengebracht. Die Fehler liegen bei $\pm$ 3%. — Radioaktinium stört, doch ist seine Menge meist so klein, daß dadurch kein wesentlicher Fehler verursacht wird.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 530—540 (1957). Freie Univ., Brüssel (Belgien). G. Denk

Die polarographische Bestimmung von Nitrit und Nitrat nebeneinander ist nach Untersuchungen von P. Spanyár, E. Kevei und M. Kiszel[1] dadurch möglich, daß das bei der Zersetzung von Nitrit mit Salzsäure in verdünnten Lösungen in Gegenwart von Alkohol gebildete Äthylnitrit durch Einleiten eines Stickstoffstroms leicht entfernt werden kann. Wird also in einem Anteil der Lösung die gemeinsame Menge von Nitrit und Nitrat bestimmt, dann in einem zweiten Lösungsanteil nach Zersetzen und Entfernen des Nitrits die Bestimmung wiederholt, ergibt sich aus der Differenz die Nitritmenge. Die Genauigkeit beträgt bei einer Gesamtmenge von 0,1—0,3 mg/ml $\pm$ 8%. Die Methode ist bei der *Analyse von Pökellaken* verwendet worden, wo der Zusatz von Alkohol die die Bestimmung störenden Eiweißstoffe ausscheidet. Die polarographische Nitratbestimmung ist bekannt. — *Ausführung.* Man versetzt 2,5 bis 5,0 ml der zu untersuchenden Lösung in einem 50 ml-Meßkolben mit 25 ml 96%igem Äthanol, läßt $^1/_2$ Std stehen, füllt dann mit Äthanol zur Marke auf und filtriert durch ein gehärtetes Filter in einen gut verschließbaren Kolben. Zur Polarographie der Summe Nitrit + Nitrat mischt man 5,0 ml Leitsalzlösung (0,1 m KCl-Lösung + 0,01 n Salzsäure im Verhältnis 1:1), 1,0 ml 0,0002 m Uranylacetatlösung und 3,5 ml dest. Wasser, leitet 5 min lang Stickstoff durch, fügt 0,5 ml der vorbereiteten alkoholischen Lösung der Probe (mit 50 bis 150 μg Gesamtgehalt an Nitrit + Nitrat und 10 bis 100 μg an den Einzelbestandteilen) zu, mischt mit einigen Stickstoffblasen kurz durch und polarographiert sofort von —0,6 V angefangen (gemessene Stufenhöhe a mm). Vergleichslösungen werden gleichartig vorbereitet, enthalten aber statt 0,5 ml Wasser 0,5 ml KNO_3-Lösung (100 μg/ml) bzw. 0,5 ml $NaNO_2$-Lösung (100 μg/ml) (Stufenhöhen c bzw. d mm). Zur Nitritbestimmung fügt man dem Gemisch von Leitsalz- und Uranylacetatlösung nur 2,5 ml Wasser zu, versetzt außer mit 0,5 ml der zu untersuchenden Lösung noch mit 1,0 ml 0,1 n Salzsäure, leitet 10 min Stickstoff durch und polarographiert sofort (Stufenhöhe b mm). Beträgt die Stufenhöhe der Uranylacetatlösung u mm, so findet man μg Nitrat/0,5 ml Lösung = 100 $(b—u)/2$ $(c—a)$ und μg Nitrit/0,5 ml Lösung = 100 $(a—b)/2$ $(d—a)$.

[1] Acta chim. Acad. Sci. hung. (Budapest) **11**, 329—337 (1957). Forsch.-Inst. f. Konserven-, Fleisch- und Kälteindustrie, Budapest (Ungarn). J. Plank

Die Bestimmung von Aziden, Halogenen und Sulfat durch Fällungsaustauschreaktionen beschreiben E. Krejzová, V. Simon und J. Zýka[1] unter Bezugnahme auf E. Bányai und L. Erdey[2], die diese Art von Bestimmungsmethoden eingehend untersucht haben. — *Bestimmung von Aziden.* Die zugrunde liegende Reaktion ist: $2\,NaN_3 + Ag_2CrO_4 = 2\,AgN_3 + Na_2CrO_4$. Das entstandene lösliche Chromat wird reduktometrisch bestimmt. Man löst die 3—60 mg Natriumazid enthaltende Probe im 50 ml-Meßkolben in wenig Wasser, gibt einen Überschuß (etwa 12 g) Silberchromat (hergestellt nach [2]), 1 Tropfen 2%ige Kaliumnitratlösung (zur besseren Zusammenballung des Silberazidniederschlages) zu, schüttelt gut durch, füllt zur Marke auf und filtriert. 25 ml des Filtrates werden mit 20 ml 20%iger Schwefelsäure angesäuert und dann mit 0,1 n Hydrochinonlösung potentiometrisch oder visuell (Diphenylamin als Indicator) titriert[3]. 1 ml 0,1 n Hydrochinonlösung

entspricht 4,3343 mg NaN_3. Die Analysenfehler betragen bei der Bestimmung von 64—16 mg NaN_3 ± 0,0—0,4%, bei der Bestimmung von 6—3 mg NaN_3 —1,0 bis —1,5%. Das Verfahren ist empfindlicher als die direkte Titration mit Silbernitratlösung. — Auf die gleiche Art können *Jodid* (10—100 mg), *Bromid* (20—100 mg) und *Chlorid* (20—100 mg) bestimmt werden. — Für die *Sulfatbestimmung* eignet sich die Reaktion: $Na_2SO_4 + BaCrO_4 = BaSO_4 + Na_2CrO_4$. Man versetzt die 50—100 mg Sulfat enthaltende Probe im 50 ml-Meßkolben mit etwa 15 g Bariumchromat[2] und so viel Salzsäure, daß eine Konzentration von etwa 0,1 n erreicht wird, erhitzt 10 min auf dem Wasserbad, neutralisiert noch heiß mit Ammoniak (bis zur Gelbfärbung), läßt über Nacht stehen, filtriert und verfährt weiter wie bei der Azidbestimmung.

[1] Chem. Listy **51**, 1764—1766 (1957) [Tschechisch]. Univ. Prag. — [2] Bányai, E., und L. Erdey: Acta Chim. Acad. sci. hung. **8**, 383, 395, 409 (1956); vgl. diese Z. **154**, 43 (1957). — [3] Simon, V., und J. Zýka: Chem. Listy **49**, 1646 (1955); vgl. diese Z. **152**, 451 (1956). A. Kurtenacker

Phosphat. *Einen Mikronachweis für Phosphationen,* der noch 0,05 µg PO_4^{3-} bzw. 1 µg/ml zu erkennen gestattet, beschreiben J. W. Robinson und Ph. W. West[1]. — *Arbeitsweise.* Man versetzt auf einer weißen Tüpfelplatte einen Tropfen der Probelösung mit einem Tropfen einer o-Dianisidinmolybdatlösung (s. unten) und 1 bis 2 Tropfen 85%iger Hydrazinhydratlösung. Beim Zufügen der Reagenslösung bildet sich eine braune Fällung, die bei Zusatz des Hydrazinhydrats in eine Blaufärbung umschlägt, wenn PO_4^{3-} zugegen ist. Sulfidionen stören den Phosphatnachweis, da beim Versetzen der Probelösung mit dem Reagens eine Blaufärbung auftritt. Mit dieser Blaufärbung kann noch 1 µg S^{2-} nachgewiesen werden. Hohe Palladiumkonzentrationen stören wegen der Färbung dieser Ionen in Lösung. Die Störung durch Silicium läßt sich durch Zusatz von Natriumfluorid umgehen. — *Herstellung der o-Dianisidinmolybdatlösung.* Man löst 2,5 g $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ in 20 ml 7,5%iger Schwefelsäure und 0,25 g o-Dianisidin in 1 ml konz. Schwefelsäure. Die o-Dianisidinlösung wird unter Rühren zur Molybdatlösung gefügt und nach Stehen über Nacht filtriert. — Man kann auch die Lösung von 0,125 g o-Dianisidin in 1 ml Eisessig mit 2,5 g $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ in 20 ml 25%iger Salzsäure mischen.

[1] Microchemical J. **1**, 93—99 (1957). State Univ., Baton Rouge, La. (USA).
Klaus Brodersen

Bei der colorimetrischen Bestimmung von Phosphorsäure mit Molybdat ist nach P. Kajanne[1] für die Reduktion zum Molybdänblau Ammoniumeisen(II)-sulfat besonders gut geeignet, da dabei selbst ein hundertfacher Überschuß an Kieselsäure nicht stört. Bei p_H-Werten $\leq 1{,}5$ wird Ammoniummolybdat nicht reduziert. Allzu grellem Licht sollten die Lösungen nicht ausgesetzt werden. — *Ausführung.* 100 ml der Lösung mit etwa 1 mg P_2O_5 versetzt man mit 5 ml Ammoniummolybdatlösung (20 g Ammoniummolybdat + 280 g H_2SO_4 im Liter), 2 ml einer Lösung von 80 g Mohrschem Salz + 2 g Schwefelsäure im Liter und nach 5—15 min mit 5 ml einer Lösung von 12 g Dinatriumäthylendiamintetraacetat im Liter. Nach 1—2 min mißt man die Extinktion mit Rotfilter gegen eine Vergleichslösung aus der Probelösung und den Reagentien, wobei aber die Ammoniummolybdatlösung durch Schwefelsäure (280 g/l) ersetzt wird.

[1] Suomen Kemistilehti. Ser. B, **30**, 101—108 (1957). Lohja-Kotka Oy, Lohja (Finnland). G. Denk

Zur colorimetrischen und spektralphotometrischen Bestimmung von Phosphor, Arsen und Germanium als Molybdänblau geben F. Lucena-Conde und L. Prat[1] ein Reagens an, das die bei den bisherigen Verfahren fast immer notwendige Reduktion

der entsprechenden Heteropolysäuren vermeidet[2]. Das zur Bildung von Molybdänblau notwendige Molybdän (VI) und Molybdän (V) sind in dem Reagens, einer 10 n schwefelsauren, 3 n salzsauren, 0,12 Mol Mo^{VI}/l und 0,08 Mol Mo^{V}/l enthaltenden Lösung, im optimalen Verhältnis 3:2 vorhanden. Bei kleineren Werten ist die Reagensempfindlichkeit geringer, während größere Werte des Verhältnisses Mo^{VI} : Mo^{V} zu merklichen Blindwertextinktionen bei den Wellenlängen der Absorptionsmaxima der Molybdänblaukomplexe (Phosphor: 840 mμ; Arsen: 850 mμ; Germanium: 830 mμ) führen. Mit den angegebenen Säuregehalten ist das Reagens wenigstens 6 Monate lang beständig. Die maximalen Molybdänblauintensitäten werden mit 1,5 ml Reagens/50 ml und nach mindestens 15 min lang dauerndem Erhitzen im siedenden Wasserbad erreicht. Die zugehörigen Extinktionen folgen dem Beerschen Gesetz bis zu Gehalten von 160 μg P_2O_5/50 ml bzw. 230 μg As/50 ml bzw. 220 μg GeO_2/50 ml. Von den drei Elementen Phosphor, Arsen und Germanium darf nur das jeweils zu bestimmende vorhanden sein; außerdem stören Barium, Blei, Antimon und Wismut durch Fällungen bzw. Trübungen; Silicium bewirkt Blaufärbung; NO_3^- (20 ppm), Fe^{III} (0 ppm), Fe^{II} (0 ppm) und $C_2O_4^{2-}$ (100 ppm) vermindern oberhalb der angegebenen Gehalte die Empfindlichkeit. — *Darstellung des Reagenses.* 8,15 g kristallisiertes Ammoniummolybdat werden in 60 ml Wasser gelöst. Zu 25 ml dieser Lösung gibt man 12,5 ml 12 n Salzsäure, verdünnt mit Wasser auf 50 ml, fügt 10 ml metallisches Quecksilber hinzu, schüttelt 5 min lang kräftig und filtriert die nunmehr rotbraune Lösung. — 30 ml der ursprünglichen Ammoniummolybdatlösung versetzt man unter ständigem Schütteln mit 50 ml 12 n Salzsäure und mit 56 ml 36 n Schwefelsäure und schließlich mit 40 ml der vorher reduzierten und filtrierten Lösung. Dann verdünnt man mit Wasser auf 200 ml. — *Arbeitsvorschrift für die Phosphorbestimmung.* Die abgemessene Analysenlösung wird in einem 50 ml-Meßkolben mit 1,5 ml Reagenslösung versetzt, auf etwa 30 ml verdünnt, danach 15 min lang im siedenden Wasserbad erwärmt und nach Abkühlung bis zur Marke verdünnt. Die im Absorptionsmaximum (840 mμ; Rotfilter) gegen eine Blindprobe gemessene Extinktion ergibt über eine in gleicher Weise aufgestellte Eichkurve den gesuchten Phosphorgehalt. — Zur Bestimmung von Arsen und Germanium verfährt man ähnlich.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 473—479 (1957). Univ. Salamanca (Span.). — [2] Vgl. dazu auch F. L. Hahn und R. Luckhaus: diese Z. **149**, 172 (1956); U. Bohnstedt und R. Budenz: diese Z. **159**, 12, 95 (1957). H. Hartkamp

Die Trennung von Phosphat und Fluorid in Form der Silbersalze ist nach Versuchen von J. Vřešťál, J. Havíř, J. Brandštetr und S. Kotrlý[1] quantitativ, wenn man bei etwa p_H 4,5 mit einem Überschuß von Silberlösung fällt. Eine Trennung von Milligrammengen Phosphat- und Fluoridionen ist außerdem durch Chromatographie auf einer Silbercarbonatsäule möglich, die das Phosphat quantitativ zurückhält, während Fluorid durchfließt. — *Fällung von Silberphosphat.* Man neutralisiert die zu untersuchende Lösung im 100 ml-Meßkolben gegen Phenolphthalein, gibt von der 1 n Silbernitratlösung 1—2 ml Überschuß über die zur Fällung notwendige Menge zu. Die frei gewordene Säure wird durch tropfenweisen Zusatz von 3,0 n Natronlauge bis zum Erscheinen brauner Fällung neutralisiert. Das zugesetzte Volumen 0.3 n Lauge darf das der 1 n $AgNO_3$-Lösung nicht überschreiten. Man füllt dann zur Marke auf, filtriert und verwendet 50 oder besser 75 ml des Filtrates zur Fluoridbestimmung. Dazu fällt man zunächst den Ag^+-Überschuß durch Titration mit 0,5 n NaCl-Lösung (Fluorescein als Indicator), gibt noch 0,5—1 ml NaCl-Lösung im Überschuß zu und verfährt bei Anwesenheit größerer Fluoridmengen z. B. so, daß man eine gemessene überschüssige Menge $PbCl_2$-Lösung zugibt und in einem aliquoten Teil des Filtrates den Bleiüberschuß komplexometrisch bestimmt. Nach

den mitgeteilten Analysen betragen die Fehler bis zu ± 0,1 mg bei Anwendung von 7—24 mg F und 46—280 mg HPO_4^{2-}. — *Chromatographische Trennung.* Man stellt Silbercarbonat her durch Fällen einer Lösung von 5 g $AgNO_3$ mit überschüssiger Na_2CO_3-Lösung, Filtrieren und Waschen des Niederschlages. Er wird dann 2—5 cm hoch in eine etwa 6 mm weite, unten verengte Röhre eingefüllt. Die einige Milligramme Fluorid und Phosphat enthaltende neutrale Probelösung wird auf die Säule aufgegeben, die man dann 3mal mit je 3 ml und einmal mit 5 ml Wasser durchspült. Das Phosphat wird im obersten Teil der Säule als gelbes Silberphosphat festgehalten. Das Fluorid befindet sich quantitativ im Filtrat und kann hier in bekannter Art mit Thoriumnitratlösung titriert werden. Bei Anwendung von 0,4 bis 4 mg F^- (1,9—19 mg HPO_4^{2}) betragen die Analysenfehler ± 0,01 mg F^- oder weniger.

[1] Chem. Listy **51**, 1762—1764 (1957) [Tschechisch]. Univ. Prag (ČSR).

A. Kurtenacker

III. Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Die Verwendung von Schmelzreaktionen mit Benzoylperoxyd in der organischen Tüpfelanalyse wird von F. Feigl und E. Silva[1] zum *Nachweis von O-Methyl-, N-Methyl-, N-Äthyl- und Propenylverbindungen, Oximen und Hydroxamsäuren* beschrieben. Die Verbindungen werden oxydativ zersetzt. Dabei bilden die Methylverbindungen Formaldehyd, N-Äthyl- und Propenylverbindungen Acetaldehyd und aliphatische Oxime, aliphatische und aromatische Hydroxamsäuren salpetrige Säure, die durch charakteristische Farbreaktionen nachweisbar sind. — *Nachweis von O-Methyl- und N-Methylverbindungen.* Der Nachweis wird in der Gasabsorptionsapparatur durchgeführt, die in der Tüpfelanalyse verwendet wird. Man versetzt eine geringe Menge der festen Probe oder 1 Tropfen Lösung in Benzol, Äther oder Chloroform mit 2 Tropfen 10%iger Benzoylperoxydlösung in Benzol, verdampft das Lösungsmittel und stellt die Apparatur in ein Glycerinbad von 120—130° C. Zum Nachweis des erzeugten Formaldehyds dient ein Tropfen einer frisch bereiteten Chromotropsäure-Schwefelsäuremischung (einige Milligramme Chromotropsäure mit 2 ml konz. Schwefelsäure verrührt). Dabei färbt sich der Tropfen innerhalb einiger Minuten violett. Je nach Art der Verbindungen liegt die Nachweisgrenze bei 10—100 μg. — *Nachweis von N-Äthylverbindungen.* Man versetzt eine geringe Menge feste Substanz oder die eingedampfte Lösung in einem Mikroröhrchen mit 2 Tropfen 10%iger benzolischer Benzoylperoxydlösung und dampft auf dem Wasserbad zur Trockne ein. Man bedeckt dann die Öffnung des Röhrchens mit Filterpapier, das mit einem Tropfen einer frisch bereiteten Morpholinreagenslösung (20%ige wäßrige Morpholinlösung + 5%ige wäßrige Lösung von Nitroprussidnatrium, 1:1) befeuchtet ist. Man hängt das Röhrchen in ein Glycerinbad von 120—130° C und erhält bei positiver Reaktion innerhalb weniger Minuten einen mehr oder weniger intensiv blauen Fleck. Die Nachweisgrenze beträgt 15—50 μg. — *Nachweis von Propenylverbindungen.* Man versetzt einen Tropfen Testlösung (nicht alkoholisch) in einem Mikroröhrchen mit 1 Tropfen 5%iger Benzoylperoxydlösung, verschließt die Öffnung mit einem Stückchen mit Morpholinreagenslösung befeuchtetem Filtrierpapier und stellt in siedendes Wasser. Bei Anwesenheit von Propenylverbindungen färbt sich das Papier blau. Die Nachweisgrenze beträgt 40—100 μg. Acetaldehyd stört. Zur Trennung von äthylsubstituierten N-Basen schüttelt man die organische Lösung mit verd. Salzsäure, wobei die Basen in die wäßrige Phase übergehen. — *Nachweis von Oximen und Hydroxamsäuren.* Man dampft in einem Mikroröhrchen 1 Tropfen Lösung oder etwas feste

Substanz mit 1 Tropfen 10%iger Benzoylperoxydlösung zur Trockne ein, verschließt die Öffnung mit einem Stückchen Filtrierpapier, das mit frisch bereitetem Sulfanilsäure-1-Naphthylaminreagens (1%ige Sulfanilsäure in 30%iger Essigsäure + 1%ige 1-Naphthylaminlösung in 30%iger Essigsäure, 1:1) befeuchtet ist, und erhitzt im Glycerinbad auf 120—130° C. Innerhalb von 3—10 min erscheint ein rosa oder rot gefärbter Fleck. Die Nachweisgrenze beträgt 10—40 μg. Diphenylglyoxim, Salicylaldoxim, Benzyl-α-monoxim, Benzyl-α-dioxim und Benzoyl-α-oxim zeigen die Reaktion nicht.

[1] Analyst (London) **82**, 582—586 (1957). Minist. Agric., Rio de Janeiro (Brasilien). HILDEGARD PLUSKAL

Die bei gasverteilungschromatographischen Analysen von Kohlenwasserstoffgemischen gemessenen relativen Flächen der einzelnen Elutionsbanden, F_i/F, ergeben nach L. J. NUNEZ, W. H. ARMSTRONG und H. W. COGSWELL[1] die Gehalte an den einzelnen Komponenten nicht in Mol-%, sondern in Gewichts-%. Zu diesem Schluß gelangen die Verff. auf Grund der an sechs Dreistoffgemischen und drei Vielstoffgemischen aus verschiedenartigen Kohlenwasserstoffen *(Aromaten, n-Paraffine, Olefine, Cycloparaffine)* mit einem Perkin-Elmer „Vapor Fractometer", Modell 154 mit Helium als Trägergas (40 ml/min) bei 50°, 100° und 120° C gewonnenen Analysenwerte. Ihr Vergleich mit den bekannten gewichtsmäßigen und molaren Zusammensetzungen der Proben läßt zwar keine sichere Entscheidung zu, macht aber die obige Annahme in gewissem Grade wahrscheinlich.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1164—1165 (1957). Cities Service Res. and Develop. Co., Lake Charles, La. (USA). H. HARTKAMP

Einen Beitrag zur Papierchromatographie der Xanthogenate von Alkoholen liefern R. POHLOUDEK-FABINI und T. BEYRICH[1]. — *Ausführung.* Zur *Darstellung* der Xanthogenate werden einige Tropfen der alkoholischen Lösung (mit etwa 5—10 mg Alkohol) mit 3 Tropfen 60%iger Kalilauge und 4 Tropfen Schwefelkohlenstoff versetzt und einige Minuten gut geschüttelt. Anschließend gibt man 0,5 ml Wasser und 0,5 ml Pentan oder Tetrachlorkohlenstoff zu. 50 μl der erhaltenen wäßrigen Phase werden auf vorbehandeltes Filterpapier (Schl. & Sch. 2043a) aufgetragen. (Das Papier wird vorher mit Phosphatpufferlösung vom p_H-Wert 12 imprägniert.) Nach 5—6stündigem Sättigen in der Kammer wird unter Verwendung von wassergesättigtem Butanol als beweglicher Phase aufsteigend chromatographiert. Zum *Nachweis* der Xanthogenate werden die Chromatogramme mit 7,5%iger Kupfersulfat- oder mit 10%iger Nickelsulfatlösung besprüht, wobei die gelben Kupfer- bzw. die gelborangefarbenen Nickelxanthogenate gefällt werden. Auf diese Weise kann noch 1 Teil eines Alkohols neben 100 Teilen eines anderen nachgewiesen werden. Nachstehend sind die R_f-Werte der Xanthogenate verschiedener Alkohole genannt: Methanol 0,23; Äthanol 0,35; n-Propanol 0,55; n-Butanol 0,71; n-Pentanol 0,79 und n-Hexanol 0,82.

[1] Naturwissenschaften **44**, 512—513 (1957). Pharmaz. chem. Inst., Univ. Greifswald. K. MACHNER

Zur Sichtbarmachung der Phosphorsäureester auf Papierchromatogrammen als Molybdänblau schlägt L. MACHO[1] Zinn(II)-chlorid als Reduktionsmittel vor und zwar in ätherischer Lösung, weil mit wäßrigen Lösungen die Flecken zerfließen. Zinn(II)-chlorid liefert eine viel tiefere Blaufärbung als andere in Gebrauch befindliche Reduktionsmittel. Man kann noch 0,02 μg/cm^2 Phosphat nachweisen. Das Verfahren eignet sich zur *Kenntlichmachung der Phosphorsäureester in biologischem Material (Blut, Gewebeextrakte).* Die Ester werden zunächst unter Freiwerden von anorganischem Phosphat hydrolysiert. — *Ausführung.* Man trocknet das

Papierchromatogramm nach Herausnahme aus der Kammer zunächst im Luftstrom bei Raumtemperatur, dann bei 80° C, besprüht vorsichtig mit dem sauren Molybdatreagens nach C. S. Hanes und F. A. Isherwood[2] und erhitzt zur Hydrolyse der Ester 7 min auf 85° C. Dann besprüht man mit frisch hergestellter, 0,2%iger ätherischer $SnCl_2$-Lösung und erwärmt 10—30 sec zur Verflüchtigung des Äthers. Die Phosphorsäureester erscheinen als intensiv hellblaue Flecken auf gelbbläulichem Grund. (Bei anorganischem Phosphat sind die Flecken grünblau gefärbt.) Die Untergrundfarbe kann beseitigt werden, indem man das überschüssig vorhandene Zinn(II)-chlorid durch Besprühen mit 3%igem Wasserstoffperoxyd oxydiert.

[1] Chem. Zvesti **11**, 175—177 (1957) [Slowakisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Endokrinol. Inst., Akad. Wiss., Bratislava (ČSR). — [2] Nature (London) **164**, 1107 (1949); vgl. diese Z. **144**, 79 (1955). H. Kurtenacker

Die Bestimmung von Sulfoxyden führen R. R. Legault und K. Groves[1] nach einer veränderten Methode von D. Barnard und K. R. Hargrave[2] durch, die auf der Reduktion zu Sulfid mit Titan(III)-chlorid und dessen Bestimmung mit Eisen(III) beruht. Die Verff. verwenden während der Reduktion keine Essigsäure, da diese die Sulfide besser wassermischbar macht. Durch teilweise Sättigung der Mischung mit $(NH_4)_2SO_4$ und Extraktion mit 1-Butanol und Tetrachlorkohlenstoff beseitigen sie die Sulfide, so daß nun auch 2-Hydroxydiäthylsulfoxyde und Dimethylsulfoxyde bestimmt werden können. — *Arbeitsweise.* Man verwendet 0,7 bis 1,0 mÄquiv. Substanz in einer 250 ml-Flasche, die man bis auf 20 mm Druck evakuiert und dann mit Stickstoff füllt, der vorher mit Chrom(II)-lösung gewaschen ist. Man versetzt mit 15 ml 0,1 n $TiCl_3$-Lösung, während man N_2 einleitet. Dann evakuiert man noch 3mal und füllt 3mal wieder mit Stickstoff. Man erhitzt 1 Std in einem Bad von 80° C, versetzt am Ende der Zeit mit einer siedenden Mischung von Eisenalaun und $(NH_4)_2SO_4$, die man durch Mischen von 5 ml 20%iger Eisenalaunlösung in 6%iger Schwefelsäure mit 40 ml gesättigter $(NH_4)_2SO_4$-Lösung bereitet hat und erhitzt zum Sieden. Nach 30 sec Stehen kühlt man schnell, versetzt mit 10 ml Phosphorsäurelösung (75 ml 85%ige Phosphorsäure in 350 ml Wasser + 75 ml konz. Schwefelsäure) und extrahiert in einem Schütteltrichter 2mal mit je 15 ml 1-Butanol und 3mal mit je 15 ml Tetrachlorkohlenstoff, wobei die organische Phase verworfen wird. Man verdünnt die wäßrige Phase mit 55 ml Wasser und titriert mit 0,05 n $K_2Cr_2O_7$-Lösung unter Verwendung von Diphenylaminsulfonsäure als Indicator. Dann führt man mit den Reagentien eine Blindprobe durch.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1495—1496 (1957). State Coll., Pullman, Wash. (USA). — [2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **5**, 476, 536 (1951); vgl. diese Z. **138**, 146 (1953). Hildegard Pluskal

Die Bestimmung organischer Hydrazinderivate beschreiben B. Singh und S. S. Sahota[1]. Die Verff. titrieren nach der *Jodmonochloridmethode* mit einer *Natriummetavanadatlösung*[2] in salzsaurem Milieu und können volumetrisch bestimmen: *Semicarbazidhydrochlorid, Benzalazin, Benzalsemicarbazon, Aminoguanidinhydrochlorid, o-Hydrobenzalsemicarbazon, p-Methoxybenzalsemicarbazon, Chloralhydrazin, o-Chlorbenzalsemicarbazon* und *Methyläthylketonsemicarbazon.* In allen Fällen reagieren 4 Mole $NaVO_3$ mit einem Mol des Hydrazinderivates. Als Indicator wird Chloroform verwendet, das sich während der Titration durch ausgeschiedenes Jod violett, am Äquivalenzpunkt der Titration durch JCl-Bildung hellgelb färbt. — *Ausführung.* Man löst die Einwaage (0,02—0,12 g) der Probesubstanz in 25 ml Wasser und 55 ml konz. Salzsäure, fügt 5 ml 0,02 m Jodmonochloridlösung und

5 ml Chloroform zu, kühlt auf Raumtemperatur ab und titriert mit 0,1 m Natriummetavanadatlösung. Während der Titration muß das Gefäß verschlossen und kräftig geschüttelt werden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 285—288 (1957). Panjab Univ. Coll., Hoshiarpur (Indien). — [2] Vgl. u. a. Singh, B., u. R. Singh: J. Ind. chem. Soc. **29**, 34 (1952); Anal. chim. Acta (Amsterdam) **10**, 408, **11**, 412 (1954); vgl. diese Z. **146**, 454, (1955). Klaus Brodersen

Zur gravimetrischen Mikrobestimmung von Carbonylgruppen in organischen Substanzen verwenden T. S. Ma, J. Logun und P. P. Mazzella[1] die Hydrazonbildung mit *2,4-Dinitrophenylhydrazin*. Die Verff. weisen darauf hin, daß die gravimetrische Bestimmungsmethode gegenüber den bekannten volumetrischen Methoden mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin[2] den Vorteil einer größeren Genauigkeit hat. Außerdem sind irgendwelche Zersetzungen der Hydrazinlösung ohne Einfluß auf das Ergebnis der gravimetrischen Bestimmung. Als weiterer Vorteil gegenüber den volumetrischen Methoden ist zu nennen, daß nach der Bestimmung durch Feststellung des Schmelzpunktes oder Messung anderer physikalischer Konstanten die Reinheit und Identität des Hydrazons ermittelt werden kann. — *Ausführung.* In einem 35 ml-Glas (100×23 mm) befestigt man ein Filterstäbchen von 120 mm Länge und 2 mm Innendurchmesser so, daß die Filterplatte 10 mm über dem Boden des Glases zu liegen kommt. Diese Vorrichtung stellt man in ein 30 ml-Becherglas und wägt die 3 Teile später immer gemeinsam. 5—15 mg der Probe werden auf ± 0,01 mg genau in eine derartige Vorrichtung eingewogen, in 4 ml Methanol gelöst, 20 ml der Reagenslösung (1 g Oxalsäure, 0,2 g 2,4-Dinitrophenylhydrazin mit Methanol auf 100 ml aufgefüllt) werden zugefügt, und 15 min nach dem Erscheinen der ersten Fällung wird das Reaktionsgefäß aus dem Becherglas herausgenommen und 1 Std in Eiswasser gekühlt. Man saugt die überstehende Lösung durch das Filterstäbchen ab, fängt das Filtrat in einem 35 ml-Glas auf, wäscht die Fällung mit 50%igem Methanol, bis das Filtrat farblos ist, trocknet sodann die Fällung, das Filterstäbchen, das Reaktionsglas und das Becherglas bei 75°C und wägt alles auf ± 0,01 mg genau. Die Ergebnisse sind auf ± 0,3% genau.

[1] Microchemical J. **1**, 67—73 (1957). Brooklyn College, N.Y. (USA). — [2] Schöniger, W., H. Lieb und K. Gassner: diese Z. **134**, 188 (1951/52); Mikrochim. Acta **1953**, 434; vgl. diese Z. **144**, 47 (1955). Klaus Brodersen

Zur Bestimmung von Methylvinylketon allein und im Gemisch mit seinem Polymeren haben B. Buděšínský, K. Mňouček, F. Jančík und E. Kraus[1] die bromometrische Methode, das Hydroxylaminverfahren und die polarographische Methode vergleichend geprüft. — Die *Bromierung* ist in wäßrigem Medium in 4 min quantitativ. Man löst 50—80 mg Probe in 15 ml Wasser, fügt 25 ml 0,1 n Bromat-Bromidlösung und 10 ml konz. Salzsäure zu, läßt 5 min verschlossen stehen und bestimmt dann den Bromüberschuß in bekannter Art jodometrisch. 1 ml 0,1 n Thiosulfatlösung entspricht 3,5044 mg Methylvinylketon. — *Hydroxylaminmethode.* Die Oximierung mit Hydroxylamin in 96%igem Äthanol ist in 15 min praktisch quantitativ. Bei mehr als 1stündiger Einwirkung fallen die Resultate um 2—3% zu hoch aus. Zur Herstellung der etwa 1 m Hydroxylaminhydrochloridlösung verdünnt man die Lösung von 70 g $NH_2OH \cdot HCl$ in 70 ml Wasser mit 500 ml 96%igem Äthanol, gibt 1 ml 0,1%ige Bromphenolblaulösung zu, neutralisiert mit 0,5 n KOH-Lösung und füllt mit Äthanol auf 1000 ml auf. Zur Durchführung der Bestimmung löst man 100—150 mg Methylvinylketon in 15 ml 96%igem Äthanol, versetzt mit 2—3 Tr. Bromphenolblaulösung, neutralisiert mit

0,1 n alkoholischer KOH-Lösung bis zur ersten Blaufärbung, gibt 5 ml Hydroxylaminlösung zu und läßt 15 min stehen. Dann titriert man die frei gewordene Salzsäure mit 0,1 n alkoholischer KOH-Lösung bis zur ersten sichtbaren Blaufärbung. 1 ml 0,1 n KOH-Lösung entspricht 7,0088 mg Methylvinylketon. — *Die polarographische Bestimmung* wird bei p_H 7 (Britton-Robinsonpuffer) durchgeführt. Um Verluste durch Verflüchtigung von Methylvinylketon beim Entlüften zu vermeiden, strömt der Stickstoff vor Eintritt in die polarographische Zelle (Kalousek-Gefäß) durch eine Waschflasche, die mit Methylvinylketonlösung von der gleichen Konzentration wie die zu untersuchende Lösung beschickt ist. Das Halbstufenpotential in 0,1 n KCl-Lösung beträgt —1,40 V. — In reinen Methylvinylketonlösungen geben alle drei Verfahren genaue Resultate. In teilweise polymerisierten Proben sind die Resultate der Hydroxylaminmethode die höchsten, bei der bromometrischen Methode werden um 1—2% niedrigere Werte erhalten, der Äquivalenzpunkt wird hier am schärfsten angezeigt, das polarographische Verfahren, das mittlere Werte liefert, ist das am meisten spezifische Verfahren.

[1] Chem. Listy **51**, 1819—1822 (1957) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. Pharm. Biochem. Prag (ČSR). A. Kurtenacker

Zum Nachweis von Carbonsäuren benutzen R. E. Kepner, A. D. Webb, R. L. King und A. D. Bond[1] die auf *p-Phenylazophenacylbromid* (C_6H_5-N=N-$C_6H_4COCH_2Br$)=1 bezogenen, auf chromatographischen Säulen[2] gemessenen relativen Wanderungsgeschwindigkeiten (R_r) der in fester Form und in Lösung orange gefärbten *p-Phenylazophenacylcarbonsäureester* (C_6H_5-N = N-C_6H_4-CO-CH_2-OOC-R) und ihre papierchromatographischen R_f-Werte. Die Verff. haben die Ester der nachstehenden Säuren säulenchromatographisch untersucht und dabei die in Klammern gesetzten *relativen Beweglichkeiten* gemessen: *Essigsäure (0,047), Propionsäure (0,057), Buttersäure (0,087), Isobuttersäure (0,11), Valeriansäure (0,11), Isovaleriansäure (0,14), 2-Methylbuttersäure (0,13), Capronsäure (0,16), Isocapronsäure (0,16), Önanthsäure (0,19), Isoönanthsäure (0,20), Caprylsäure (0,24), 2-Äthylhexylsäure (0,31), Pelargonsäure (0,29), Caprinsäure (0,34), Undecylsäure (0,40), Laurinsäure (0,45), Tridecylsäure (0,50), Myristinsäure (0,55), Palmitinsäure (0,63), Stearinsäure (0,73), 3-Hexenylsäure (0,11), 2,4-Hexadienylsäure (0,072), 10-Undecylensäure (0,24), 12-Hydroxystearinsäure (0,10), D,L-Milchsäure (0,0), Benzoesäure (0,15), Phenylessigsäure (0,061), Hydrozimtsäure (0,080), Zimtsäure (0,093), Phenylglyoxylsäure (0,11), o-Toluylsäure (0,23), Salicylsäure (0,21), Syringasäure (0,0), Benzilsäure (0,028), p-Chlorbenzoesäure (0,28), p-Nitrobenzoesäure (0,058).* Die Ester von Weinsäure, Bernsteinsäure, Äpfelsäure und p-Hydroxybenzoesäure sind im verwendeten Lösungsmittel unlöslich. Die R_r-Werte der geradkettigen gesättigten Fettsäuren steigen monoton mit der C-Zahl an. Korrekte R_r-Bestimmungen sind nur bei genügend kleinen Substanzmengen möglich ($\sim$ 0,3 mg); bei größeren Mengen (5—10 mg) werden zu hohe Werte gefunden. Verzweigtkettige Säuren haben etwas kleinere R_r-Werte als die entsprechenden geradkettigen Substanzen; die Unterschiede lassen aber keine Trennung zu. Substanzen, die über funktionelle Gruppen (OH) bzw. über aromatische Ringe oder olefinische Doppelbindungen Wasserstoffbrückenbindungen bzw. Elektronendonator-Acceptorbeziehungen mit dem Adsorbens eingehen können, haben kleine R_r-Werte. — Die papierchromatographischen R_f-Werte wurden auf mit 2-Phenoxyäthanol imprägnierten Papieren absteigend gemessen; als Laufmittel diente mit 2-Phenoxyäthanol gesättigtes n-Heptan. Nach dreistündiger Entwicklung der mit je 50—100 μg Substanz beschickten Chromatogramme wurden folgende *R_f-Werte* gemessen (*p-Phenylazophenacylester* der nachstehenden Säuren): *Essigsäure (0,11), Propionsäure (0,16), Buttersäure (0,20), Isobuttersäure (0,24), Valeriansäure (0,26), Isovaleriansäure (0,27), 2-Methylbuttersäure (0,28), Capronsäure (0,27),*

Isocapronsäure (0,25), Önanthsäure (0,30), Isoönanthsäure (0,30), Caprylsäure (0,32), Pelargonsäure (0,35), Caprinsäure (0,40), Undecylsäure (0,42), Laurinsäure (0,45), Tridecylsäure (0,48), Myristinsäure (0,49). Zur Identifizierung einzelner Säuren muß man auf Vergleichssubstanzen in länger laufenden Chromatogrammen (8 Std) beziehen. — Das zur Herstellung der Ester benutzte p-Phenylazophenacylbromid wird nach einer modifizierten Vorschrift durch Bromieren von p-Phenylazoacetophenon in erhöhter Ausbeute (85—90%) als gut kristallisierbares Produkt gewonnen. Die Bromierung wird in trockenem Chloroform in Gegenwart katalytischer Mengen wasserfreien Aluminiumchlorids mit einer Lösung von Brom in Chloroform vorgenommen. Aus dem nach Vertreiben von HBr und Lösungsmittel verbleibenden festen Rückstand erhält man das Rohprodukt (Fp 96—102° C); durch Umkristallisieren aus Skellysolve B das Reinprodukt vom Fp 103—104° C.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1162—1164 (1957). Univ. Davis, Calif. (USA). — [2] Ikeda, R. M., A. D. Webb u. R. E. Kepner: Analyt. Chemistry **26**, 1228 (1954); vgl. diese Z. **147**, 202 (1955). H. Hartkamp

Die Papierchromatographie aliphatischer gesättigter Monocarbonsäuren wird von F. Baykut und S. Baykut[1] nach der absteigenden Methode in einem auf ± 0,1° C konstant gehaltenen Chromatographierraum durchgeführt. Als stationäre Phase dient Petroleum, als mobile Phase eine mit Petroleum gesättigte 90%ige Essigsäure-Wassermischung. Entwicklung und Sichtbarmachung der Fettsäuren geschieht nach der Methode von H. P. Kaufmann und W. H. Nitsch[2]. Mit Hilfe einer graphischen Darstellung, R_f gegen C-Atomzahl der Fettsäuren (n), wurde eine Beziehung $R_f = 1{,}671 - 0{,}1326\,n + 0{,}0028\,n^2$ für $n = 10 - 24$ aufgestellt. — *Arbeitsweise.* Man besprüht Papierstreifen (Schl. & Sch.-Papier Nr. 2043 b.M.) von 40 cm Länge und 14 cm Breite auf einer Waage im Abzug mit je 4 g Petroleum, wartet, bis davon noch 2,2 g übrig sind und trägt die Fettsäurelösung in Chloroform (jeweils 20 μg/4 mm³) auf die Startpunkte auf. Nach Verdampfen des Petroleums bis auf 1,8 g hängt man die Chromatogramme in ein Glasgefäß (55 × 39 × 30 cm) ein, dessen Boden mit einer 1 cm hohen Schicht der mobilen Phase bedeckt ist. Zur Gewinnung dieser Phase schüttelt man 250 ml 90%ige Essigsäure bei 25 ± 0,1° C mit 12 ml Petroleum und verwendet nach vollständiger Schichtentrennung die essigsaure Phase. Die Laufzeit beträgt 8—20 Std. Nach dem Trocknen bei 110° C legt man in eine Cu-Acetatlösung (20 ml gesättigte $Cu(CH_3COO)_2$-Lösung + 100 ml Wasser) ein, wobei sich die unlöslichen fettsauren Kupfersalze bilden. Man wässert 10 min in stark verd. Essigsäure (2 ml Eisessig/15 l Wasser), taucht 5 min in 2%ige $K_4[Fe(CN)_6]$-Lösung, wäscht mit dest. Wasser aus, trocknet und wertet die braunen $Cu_2[Fe(CN)_6]$-Flecke aus.

[1] Rev. Fac. Sci. Univ. Istanbul, Ser. C, **22**, 267—270 (1957). Univ. Istanbul. — [2] Fette u. Seifen **56**, 154 (1954); vgl. diese Z. **146**, 115/116 (1955).

Hildegard Pluskal

Hochspannungspapierelektrophorese von nichtflüchtigen organischen Säuren und ihren Mischungen mit Aminosäuren. D. Gross[1] bestätigt den Befund von H. Berbalk und O. Schier[2], daß die Wanderungswege der Säuren direkt proportional ihren Dissoziationskonstanten sind und daß sich Elektrolytlösungen von etwa p_H 2 für die Trennung der Säuren voneinander am besten eignen. Bei höheren p_H-Werten sind die Beweglichkeiten größer, es entstehen aber leicht mehrfache Flecken. Um eine Trennung zweier Säuren zu erreichen, müssen sich ihre Dissoziationskonstanten im allgemeinen um mindestens den Faktor 2 voneinander unterscheiden. Der Verf. zeigt in Abbildungen die Ergebnisse der Trennung von *42 nicht flüchtigen organischen Säuren* und *21 Aminosäuren*. Die nicht flüchtigen Säuren lassen sich in 4 Gruppen

einteilen: 1. Säuren mit hoher Dissoziationskonstante und der größten Beweglichkeit im elektrischen Feld [Beispiel Oxalsäure ($6{,}5 \cdot 10^{-2}$)]. 2. Etwas weniger rasch wandernde Säuren [Maleinsäure ($1{,}5 \cdot 10^{-2}$)]. 3. Säuren mit Wanderungsgeschwindigkeiten, die weniger als halb so groß sind wie bei Oxalsäure [Brenztraubensäure ($3 \cdot 10^{-3}$)]. 4. Eine Gruppe von wenig beweglichen Säuren mit Fumarsäure ($1 \cdot 10^{-3}$) als der schnellsten und Bernsteinsäure ($6{,}6 \cdot 10^{-5}$) als der langsamsten. In dieser Gruppe können noch Glyoxylsäure ($4{,}6 \cdot 10^{-4}$) und Glykolsäure ($1{,}49 \cdot 10^{-4}$) glatt voneinander getrennt werden. Die Aminosäuren, die sich bei p_H 2 unterhalb ihres isoelektrischen Punktes befinden, also positiv geladen sind, wandern zur Kathode, während die negativ geladenen organischen Säuren zur Anode gehen. Man kann also die beiden Gruppen leicht voneinander trennen (nur bei dem wenig beweglichen Taurin ist die Trennung unsicher. Im übrigen ist die Trennbarkeit eine Funktion der angewandten Spannung, der Zeit und der Ausgangslage der Probe. Die Zahl der auf einmal trennbaren Säuren hängt im wesentlichen nur von der Länge der Papierstreifen ab. Auf Streifen von 80—100 cm Länge lassen sich viele Säuren nebeneinander feststellen. Extrahiert man die bei der Elektrophorese erhaltenen Banden und verwendet sie als Ausgang für eine zweite Elektrophorese, so gelingt z. B. die *Trennung von Asparaginsäure, Glutaminsäure, Asparagin und Glutamin* voneinander. — Zur Durchführung der Versuche hat Verf. an seinem früher[3] beschriebenen Apparat das Kühlsystem durch Anwendung einer 2,4 cm dicken, wassergekühlten, an das Papier eng anliegenden Platte aus Aluminiumlegierung verbessert. Mit Kühlwasser von 9° C kann die mit Energien bis zu 3 W/cm² entwickelte Wärme gut abgeleitet werden. Als Elektrolytlösungen dienen 0,75 m Ameisensäure (p_H 2) oder auch Gemische von gleichen Raumteilen 0,75 m Ameisensäure und 1 m Essigsäure. Das Spannungsgefälle beträgt bei der Trennung der nicht flüchtigen Säuren 100—200 V/cm, bei den Aminosäuren 160—240 V/cm, die Zeitdauer $^1/_2$ –$1^1/_2$ Std je nach dem angewandten Spannungsgefälle und der Art der Säuren. Zur Sichtbarmachung der Säuren erhitzt man die Pherogramme 5 min auf 90° C und setzt sie dann 1—3 Std einem kalten Luftstrom aus, um die flüchtigen Säuren zu vertreiben. Dann besprüht man mit einer 0,1%igen Lösung von Bromphenolblau in mit Na_2CO_3 gesättigtem 96%igem Äthanol. Die Säuren erscheinen als gelbe Flecken auf blauem Untergrund. Die Aminosäuren werden mit Ninhydrin sichtbar gemacht.

[1] Nature (London) **178**, 29—31 (1956). Tate and Lyle, Ltd., Keston, Kent (England). — [2] Mh. Chem. **86**, 146 (1955); vgl. diese Z. **148**, 302 (1955/56). — [3] Gross, D.: Nature **176**, 72 (1955); vgl. diese Z. **151**, 453 (1956). H. Kurtenacker

Mit der Halbmikrobestimmung von Acetyl- und C-Methylgruppen befassen sich T. Sudo, D. Shimoe und T. Tsujii[1]. Im 1. Teil untersuchen die Verff. die Titration der Essigsäure und befassen sich mit den Essigsäureverlusten, die durch das Wegkochen von etwa vorhandenem Kohlendioxyd vor der Titration entstehen. Es zeigt sich, daß diese Verluste um so größer sind, je kleiner das Volumen der Essigsäurelösung (es wurden Lösungen von 10 und 20 ml geprüft) und je länger die Kochzeit ist (es wurden *Kochzeiten* von 1—2 sec, 2—3 sec, 6—7 sec und 12 bis 13 sec geprüft). Das Verhältnis zwischen vorgelegter Essigsäuremenge und dem Laugeverbrauch steht in linearer Beziehung zur Kochzeit, so daß man auf die Zeit Null extrapolieren kann (vgl. auch G. Kainz[2]). Zur Verseifung der Acetylsubstanz und zur Destillation der Essigsäure wird die Apparatur von E. Wiesenberger[3] benutzt. Sie wird dahingehend modifiziert, daß zur Beschleunigung der Destillation Wasserdampf eingeleitet wird (vgl. auch W. Schöniger, H. Lieb und M. G. El Din Ibrahim[4]). Das Volumen im Destillationskolben soll 10—25 ml, der Gehalt an Schwefelsäure (1 : 2) maximal 3 ml betragen. Weiter erwies sich ein Zusatz von 5 g Natriumsulfat je 10 ml Destillationslösung als vorteilhaft. Es werden Fraktionen

zu je 50 ml aufgefangen. Die 3. Fraktion verbraucht im allgemeinen nicht mehr als 0,01 ml 0,02n Lösung. Für die Destillation und Titration sind 15 min nötig. Die Blindwerte der Destillation sind extrem klein, die Abweichungen vom theoretischen Wert liegen unter 0,2%. Im 2. Teil wird die Abhängigkeit der Verseifungs- bzw. Oxydationszeit von der Temperatur untersucht. Es ergibt sich, daß die Verseifungszeit auf 20—30 min verkürzt werden kann, wenn man die Temperatur auf 200—250° C erhöht. Zur Zerstörung der Chromsäure nach beendeter Oxydation der C-Methylsubstanz wird 30%ige Wasserstoffperoxydlösung vorgeschlagen.

[1] Jap. Analyst. **6**, 494—502 (1957). [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.). Mitsubishi Chem. Ind. Ltd., Kurosaki (Japan). — [2] Mikrochemie (Wien) **35**, 89 (1950); vgl. diese Z. **132**, 186 (1951). — [3] Mikrochim. Acta (Wien) **1954**, 127; vgl. diese Z. **147**, 155 (1955). — [4] Mikrochim. Acta (Wien) **1954**, 96; vgl. diese Z. **143**, 367 (1954).

G. Kainz

Die maßanalytische Bestimmung von Cholin läßt sich nach C. Soye[1] durch Oxydation mit Dichromat in saurer Lösung durchführen, wobei das Cholin quantitativ zu Betain oxydiert wird: $(CH_3)_3NOHCH_2CH_2OH + 2O \rightarrow (CH_3)_3NOHCH_2COOH + H_2O$. Das überschüssige Dichromat wird mit Fe^{II} reduziert und dieses wieder mit $K_2Cr_2O_7$-Lösung gegen diphenylaminsulfonsaures Barium als Indicator titriert. Die Fehler sind kleiner als 1%. — *Ausführung.* Die Probelösung (mit 0,1—0,5% Cholinchlorhydrat) versetzt man mit dem doppelten Volumen einer 0,1 n Kaliumdichromatlösung und soviel Schwefel- oder Salpetersäure, daß die Lösung 3,3 n daran ist. Dann erhitzt man $3^1/_2$—4 Std auf 100° C, kühlt kräftig ab, versetzt mit Trinatriumphosphat, reduziert mit Mohrschem Salz und titriert dessen Überschuß wieder mit Dichromatlösung zurück.

[1] C. R. Acad. Sci. **245**, 427—429 (1957). G. Denk

Über eine quantitative Bestimmung von halogenierten Säuren auf Papierchromatogrammen berichtet M. H. Hashmi[1]. Die Säuren werden zunächst in ihre Ammoniumsalze übergeführt und papierchromatographisch mit Propanol-Ammoniak als mobiler Phase aufgetrennt (vgl. M. H. Hashmi und C. F. Cullis[2]. Nach Elution der einzelnen Flecken wird das organisch gebundene Halogen durch Kochen mit Natrium in Äthanol in Halogenid übergeführt und dieses argentometrisch mit Adsorptionsindicatoren bestimmt. Die gefundenen Werte liegen um 98% d. Th. — *Arbeitsweise.* Zur Chromatographie wird Whatman-Papier Nr. 4 verwendet, das durch aufeinanderfolgendes Waschen mit 2n Essigsäure, dest. Wasser und 10n Ammoniak gereinigt worden ist. Das Säuregemisch wird sodann in verdünntem Ammoniak gelöst und hiervon soviel auf das Papier gebracht, daß der Startfleck etwa 25—65 μg an einzelner Säure enthält. Das Chromatogramm wird mit Propanol-konz. Ammoniak (7 : 3) entwickelt. Zum Vergleich wird daneben ein Leitchromatogramm mit einer bekannten Halogensäure mitlaufen gelassen. Die Flecke werden ausgeschnitten und einzeln in einem 250 ml-Kolben 2 Std mit 20 ml absolutem Alkohol und 1—2 g Natrium gekocht. Nach dem Abkühlen wird das überschüssige Natrium vorsichtig mit 1 ml-Portionen Wasser zersetzt. Das Gesamtvolumen soll 50 ml nicht übersteigen. Die Lösung wird hierauf mit 6n Salpetersäure gegen Phenolphthalein neutralisiert und mit einem Überschuß von 5 ml versetzt. Die Titration erfolgt mit Silbernitrat gegen Eosin (für Bromid) bzw. Dijoddimethylfluorescein (für Jodid) als Indicatoren. Vom erhaltenen Wert ist der Blindwert der Bestimmung, der in gleicher Weise mit dem Papier und den Reagentien ermittelt wird, abzuziehen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 225—227 (1957). C.S.I.R., Lahore (Pakistan). — [2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **14**, 336 (1956); vgl. diese Z. **153**, 307 (1956). G. Kainz

Zur Bestimmung von Hexosaminen haben O. W. Neuhaus und M. Letzring[1] eine Modifizierung der Methode von L. A. Elson und W. T. J. Morgan[2] ausgearbeitet, die einfach und zugleich empfindlich zu analysieren erlaubt, da auch die Verbesserungen von G. Blix[3] berücksichtigt werden. *Arbeitsvorschrift.* Die eluierten Fraktionen der auf Stärke getrennten Glucoproteine oder ein aliquoter Teil von 1 ml werden im Zentrifugenglas zur Trockne eingedampft (im siedenden Wasserbad und im Luftstrom). Nach Zusatz von 1 ml 3 n Salzsäure wird verschlossen 4 Std im siedenden Wasser hydrolysiert. Die Hydrolysate werden über Ätznatron im Vakuum eingetrocknet, mit 0,5 ml 0,1 n Natronlauge aufgenommen und mit einigen Tropfen 1 n Natronlauge gegen Phenolphthalein alkalisch gemacht. Die rosa Färbung wird dann mit 0,1 n Salzsäure rückgängig gemacht und die Lösung auf 1 ml aufgefüllt. Nach Zusatz von 1 ml Acetylacetonlösung (0,3 ml in 10 ml Carbonatpufferlösung vom p_H-Wert 10 ± 0,1) wird gut durchgemischt und verschlossen 20 min im siedenden Wasserbad belassen. Das Glucosamin-Reaktionsprodukt läßt sich nach Abkühlen mit Isoamylalkohol extrahieren (2 min Schütteln), die Phasentrennung wird durch Zentrifugieren unterstützt. 4 ml des alkoholischen Extrakts werden dann mit 1 ml Ehrlichs Reagens (0,4 g p-Dimethylaminobenzaldehyd in 1,5 ml konz. Salzsäure und 13,5 ml Isoamylalkohol) versetzt und 15 min später bei 530 mμ colorimetriert. Die Absorption wird mit Eich- und Blindproben verglichen, sie ist für 8–32 μg Glucosamin in 4 ml der Konzentration proportional. Der Fehler liegt bei ± 3%. Galaktosaminhydrochlorid und Galaktosamin (10 bzw. 30 μg) führen zu identischen Ergebnissen, die Resultate werden daher am besten als Hexosamingehalt angegeben. Die optimalen Bedingungen für sämtliche Schritte dieser Methode sind eingehend untersucht und diskutiert.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1230–1233 (1957). Wayne State Univ. College Med., Detroit, Mich. (USA). — [2] Biochemic. J. **27**, 1824 (1933); vgl. diese Z. **103**, 376 (1935). — [3] Acta chem. scand. (Kopenhagen) **2**, 467 (1948). K. Cruse

Die Trennung der homologen Phenole und Kresole gelingt nach D. White und G. A. Vaughan[1] an Säulen mit gepufferter stationärer Phase (z. B. Natriumcarbonat, Dinatriumhydrogenphosphat | Natronlauge oder Natriumsilicat), wodurch sowohl die einzelnen Verteilungskoeffizienten α_i als auch die Trennfaktoren erhöht werden. Sofern der p_H-Wert der stationären Phase | 11 ist, sind die Quotienten der Verteilungskoeffizienten zweier beliebiger Phenole konstant und von der Natur der stationären Phase unabhängig: $\alpha_1 = m\alpha_2 + c$; m und c sind für das jeweilige Substanzpaar charakteristisch. Aus dieser Beziehung und aus dem Zusammenhang der Verteilungskoeffizienten α_i mit den Retentionsvolumina V_i und den Volumina a und b der stationären und der mobilen Phase, $\alpha_i = (V_i - a)/b$, haben die Verff. eine Beziehung abgeleitet, welche über die Anzahl R der theoretischen Böden die für eine Säule mit genügender Trennwirkung der Komponenten i und k nötigen Dimensionen vorauszubestimmen gestattet:

$$R = 9\left[\frac{V_i(m+1) - a(m-1) + bc}{V_i(m-1) - a(m-1) + bc}\right]^2$$

und

$$R = 9\left[\frac{V_k(m+1) + a(m-1) - bc}{V_k(m-1) - a(m-1) + bc}\right]^2.$$

Wegen der Anwendung dieser Gleichungen in verschiedenen Analysenfällen sei auf das Original verwiesen. Das Rechenverfahren ist auch bei der Trennung anderer Säuren- oder Basengemische anwendbar. Verff. beschreiben anschließend die *Bestimmung von Phenol in Teersäuren* (~ 0,5% Phenol) an einer unter Druck zu

betreibenden Säule von 15 × 0,9 cm, die als stationäre Phase 1 n Natriumcarbonatlösung auf „Celite 535" (Kieselgur) enthält (1 ml Natriumcarbonatlösung wird mit 3,25 g des über Nacht mit konz. Salzsäure behandelten, bis zur Neutralität gewaschenen und bei 140° C getrockneten Trägermaterials 4 min lang verrührt, mit Cyclohexan zu einem Brei angemacht und in die Säule gefüllt). Man löst eine Probe mit 7—23 mg Phenol in Cyclohexan zu 100 ml, gibt davon 0,3 ml auf die Säule, wäscht mit zweimal 0,3 ml Cyclohexan nach und gibt dann etwa 30 ml Cyclohexan auf; die Elutionsgeschwindigkeit wird durch Druckregulierung auf 1 ml/min eingestellt. Die Eluatfraktion von 14—24 ml wird zur Analyse verwendet: Je 4 ml dieser Fraktion werden in zwei verschließbare Zylinder gegeben, in einen dritten gibt man ebensoviel Cyclohexan (Blindprobe). In jedes Gefäß gibt man 10 ml McIlvaine-Pufferlösung (pH 7) und vermischt unter Umschwenken. Danach versetzt man mit je 10 ml einer frisch bereiteten Lösung von 0,02 g *2-Chlor-4-nitrobenzolazonaphthalinsulfonat-2* in 250 ml Wasser, schüttelt 1 min, gibt nach 10 min 2 ml 1 n Natronlauge hinzu, schüttelt noch einmal 1 min lang und mißt nach weiteren 10 min die Extinktionen der abgetrennten wäßrigen Phasen (Ilford-Filter 603). — Zur *Bestimmung von o-, m- und p-Kresol* benutzt man eine 25 cm lange Säule mit Natriumsilicat als stationärer Phase (5 g Natriumsilicatlösung [D 1,7] mit Wasser zu 100 g verdünnen, davon 2,5 ml mit 6,5 g Celite 535 verrühren). Eine Probe mit einem Gehalt von etwa 0,03 g m-Kresol wird in Cyclohexan zu 100 ml gelöst; davon werden 0,3 ml auf die Säule gegeben und mit Cyclohexan eluiert (0,5 ml/min). Das Eluat wird mit dem o. a. Reagens und Natronlauge getüpfelt. o- und m-Kresol geben rote, p-Kresol Purpurfarbe. Die Kresolgehalte der getrennten Fraktionen werden UV-spektralphotometrisch bestimmt. Die mit anderen Verfahren verglichenen und die an synthetischen Mischungen gewonnenen Resultate sind befriedigend genau.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 439—449 (1957). Coal Tar Res. Assoc., Gomersal, Leeds (England). H. Hartkamp

Eine volumetrische Methode zur Schnellbestimmung von Hydrochinon mit Eisen(III)-chloridlösung beschreibt Chr. B. Jordan[1]. Man bringt den pH-Wert der Probelösung mit verdünnter Salzsäure oder Natronlauge auf 3,8—5 und titriert mit einer eingestellten, etwa 4%igen Eisen(III)-chloridlösung (Hexahydrat) mit einer Tropfgeschwindigkeit von 10—20 Tropfen in der Minute unter Verwendung eines gelben Hintergrundes. Beim Zufügen der Eisen(III)-chloridlösung entsteht eine Grünfärbung, die wieder verschwindet. Der Endpunkt der Titration ist erreicht, wenn die Grünfärbung nicht mehr erscheint. Unter den Reaktionsbedingungen, die hier vorliegen, reagieren genau 2 Mol Eisen(III)-chlorid mit 3 Mol Hydrochinon. Die Temperatur soll zwischen 35 und 95° C gehalten werden. Die Genauigkeit beträgt 3% bei Proben, die 0,02—1 g Hydrochinon enthalten.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1097—1098 (1957). Coating Chem. Lab., Aberdeen Proving Ground, Md., (USA). Klaus Brodersen

Einen für p-Nitranilin spezifischen Tüpfelnachweis mit p-Dimethylaminobenzaldehyd geben F. Feigl und C. Stark-Mayer[1] an. Mit Hilfe dieses Tests läßt sich noch 0,5 μg p-Nitranilin neben 500 μg der isomeren m- und o-Verbindungen nachweisen. Der Nachweis wird allerdings gestört durch p-Nitrosoanilin und andere, an der Aminogruppe substituierte p-Nitrosoaniline. Auch stören Verbindungen mit reaktiven Amino- oder Methylengruppen, die mit p-Dimethylaminobenzaldehyd reagieren. — *Ausführung.* Man läßt einen Tropfen der alkoholischen Untersuchungslösung auf Whatman-Filterpapier Nr. 120 eintrocknen und gibt einen Tropfen der frischbereiteten Reagenslösung auf dieselbe Stelle des Papiers.

Man bringt das Filter in einen Ofen und erhitzt 5—10 min auf 110° C. Eine Rosa- bis Rotfärbung zeigt die Anwesenheit von p-Nitranilin an. — *Herstellung des Reagenses.* Man sättigt eine 16%ige wäßrige Ascorbinsäurelösung mit p-Dimethylaminobenzaldehyd und filtriert.

[1] Chemist-Analyst **46**, 37—38 (1957). Min. Agric., Rio de Janeiro (Brasilien).

KLAUS BRODERSEN

Zur Bestimmung der o- und p-Isomeren von Hydroxyazofarbstoffen, die bei der Kupplung von 1-Naphthol-3-sulfonsäure mit diazotiertem 4-Chloranilin bzw. 2-Nitranilin, 3-Nitranilin, 4-Nitranilin sowie 2,4-Dinitranilin entstehen, werden von O. A. STAMM und H. ZOLLINGER[1] die Papierchromatographie, die Craig-Verteilung und die Papierelektrophorese angewendet. Zur papierchromatographischen Auftrennung werden verschiedene Lösungsmittelgemische erprobt und jeweils die R_f-Werte der o- und p-Isomeren ermittelt. Die Verff. schlagen vor, zur Charakterisierung der Trennwirkung der einzelnen Lösungsmittelgemische den Begriff *Trennfaktor* (ΔR_f) = R_f (Substanz A) — R_f (Substanz B) einzuführen. Da außer dem Trennfaktor auch die Größe der Flecken maßgeblich ist, wird der Begriff *Zonenwert* (ΔR_z) = R_f (Bandenfront) — R_f (Bandenende) vorgeschlagen, denn bei diffusen Flecken mit langen Schwänzen kann trotz gutem Trennfaktor eine Überlappung der beiden Flecken erfolgen, was dann aus dem Zonenwert ersichtlich ist. Die Unterscheidung zwischen o- und p-Isomeren am Papier erfolgt mit Natriumhydrogencarbonat, wobei das p-Isomere infolge seines tieferen p_K-Wertes einen Farbumschlag ergibt. Die quantitative Bestimmung wird colorimetrisch nach Elution der Flecken vorgenommen. Zur Auftrennung im präparativen Maßstab wird die Craig-Verteilung mit Methylisobutylketon als Oberphase und Citrat-Phosphatpuffer (p_H 7,8) als Unterphase herangezogen. Eine Trennung ist auch durch Papierelektrophorese möglich, da die Aciditätskonstanten der p-Isomeren jeweils um 2—4 Zehnerpotenzen größer sind als die der entsprechenden o-Farbstoffe. — *Qualitative papierchromatographische Trennung der Kupplungsprodukte.* Diese kann auf Whatman-Papier Nr. 1 nach der Rundfiltermethode oder nach der absteigenden bzw. nach der aufsteigenden Methode erfolgen. Die Probe wird in Form einer 0,1%igen wäßrigen Lösung aufgetragen. Der Fleck soll 5—10 μg enthalten. Nach Trocknen der Probelösung wird mit einem der Lösungsmittel, deren Tabelle im Original angegeben ist, chromatographiert. Danach wird das Chromatogramm an der Luft getrocknet. Die Zuordnung der Flecke zu o- oder p-Isomeren erfolgt durch Tüpfeln mit Natriumhydrogencarbonatlösung. — *Quantitative Bestimmung des o-/p-Verhältnisses.* Es werden etwa 5 μl Farbstofflösung ($2 \cdot 10^{-4}$ Mol Farbstoff in 100 ml Wasser) an 10 Punkten, die je 5 mm auseinanderliegen, aufgetragen. Als mobile Phase wird Wasser verwendet. Nach dem Trocknen werden die Flecke ausgeschnitten und 5—6mal mit je 15—20 ml eines Acetatpuffers (6 g Eisessig + 13,61 g Natriumacetat auf 10 l mit Wasser aufgefüllt) ausgekocht. Die heißen Eluate werden durch eine G3-Fritte in einen 100 ml-Meßkolben abgesaugt, mit Pufferlösung auf 100 ml aufgefüllt und bei 493 mμ (für den o-Farbstoff) und bei 464 mμ (für den p-Farbstoff) colorimetriert. Die Auswertung erfolgt mit Eichkurven, die man mit direkten Einwaagen hergestellt hat. *Papierelektrophoretische Auftrennung.* Diese wird auf Whatman-Papier Nr. 1 in einer Elektrophoresekammer nach W. GRASSMANN und K. HANNIG[2] durchgeführt. Ein Probefleck soll etwa 10—20 μg enthalten. Die Pufferung erfolgt mit einem Phosphatpuffer von p_H 8 oder mit einem Borsäurepuffer von p_H 10.

[1] Helv. chim. Acta **40**, 1105—1123 (1957). Univ. Basel (Schweiz). — [2] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **290**, 1 (1952); vgl. diese Z. **140**, 293 (1953).

G. KAINZ

Über die Bestimmung von Salicylaldehyd, Salicylsäure und Salicylsäureester mittels Fluorescenz berichten I. Simonyi und G. Tokár[1] auf Grund ihrer Beobachtung[2], daß *o-Hydroxyacetophenon* und *Propiophenon* mit *Aluminiumchlorisopropylat* fluorescierende Metallkomplexe bilden. Die Verff. erstrecken die Versuche auf Salicylsäure und Derivate und verwerten die Erscheinung zu quantitativen Bestimmungen. Salicylaldehyd fluoresciert in benzolischer Lösung nach Zugabe von Aluminiumchlorisopropylat mit grüner Farbe, deren Stärke von 0,5—2,7 μg/ml der Konzentration proportional ist. Salicylsäure zeigt in benzolischer Lösung violette Fluorescenz, die bei Verdünnung in Blau übergeht. Die Fluorscenzstärke ist in benzolischer Lösung der Konzentration nicht proportional, wohl aber in absolut alkoholischer Lösung zwischen 5—25 μg/ml. Acetylsalicylsäure fluoresciert nicht, die in der Kälte mit dem Reagens versetzte Lösung zeigt aber durch Fluorescenz die Anwesenheit und Menge der freien Salicylsäure an. Salicylsäureester in absolut alkoholischer Lösung zeigen violette Fluorescenz, die Stärke ist im Konzentrationsbereich von 0,6—3 μg/ml der Konzentration proportinal.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 210—212 (1957) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.-fass.) Vereinigte Arznei- und Lebensmittelfabrik Budapest. — [2] Simonyi, I., und G. Tokár: Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 11 (1957). J. Plank

Eine Methode zur quantitativen Bestimmung der Benzolcarbonsäuren der Formel $C_6H_x(CO_2H)_{6-x}$ (wobei $5 \geqslant x \geqslant 0$ sein kann) wird von J.-E. Germain, J. Montreuil und P. Koukos[1] beschrieben. Verff. verwenden die absteigende Chromatographie auf Whatman-Papier Nr. 1 bzw. 3 mit Hilfe dreier verschiedener Lösungsmittelgemische und anschließender spektroskopischer Messung im UV. Mit Lösungsmittelgemisch 1 (n-Butanol-Essigsäure-Wasser, 40:10:50) gelingt es, auf Whatman-Papier Nr. 3 innerhalb von 16—24 Std die höheren Säuren bis zu den Tricarbonsäuren zu trennen. Lösungsmittelgemisch 2 (Äthanol/konz. Ammoniak, 70:30) erlaubt, in Verbindung mit dem gleichen Papier innerhalb von 24—48 Std die Mono- bis Tricarbonsäuren zu trennen. Wird nur eine Auftrennung in die einzelnen Isomerengruppen gewünscht, so eignet sich hierfür das Arbeiten mit dem 3. Lösungsmittelgemisch (Phenol/Isopropanol/Ameisensäure/Wasser, 85:5:10:100) auf Whatman-Papier Nr. 1 in Cyanwasserstoffatmosphäre innerhalb von 24 Std). Die einzelnen, an Reinsubstanzen oder ihren Mischungen gewonnenen R_f- bzw. R_g-Werte sind angegeben. In keinem Falle gelingt es, die beiden Isomeren Isophthal- und Terephthalsäure papierchromatographisch zu trennen; die spektroskopische Auswertung gestattet jedoch eine Bestimmung jedes einzelnen Isomeren. Nach der Entwicklung der Chromatogramme kann die Lage der einzelnen Flecken durch Bestrahlen mit Quecksilberlicht im dunklen Raum ermittelt werden. Da alle untersuchten Substanzen im UV-Licht (etwa 250 mμ) absorbieren, zeichnen sich dunkle Flecken auf schwach fluorescierendem Untergrund ab. Nach der Identifizierung der Flecken werden diese ausgeschnitten und mit 0,01 n Natronlauge extrahiert. Die so gewonnenen Lösungen gestatten die Aufnahme der Absorptionskurven der Natriumsalze im Gebiet von 210—300 mμ; mit Hilfe von Vergleichslösungen lassen sich so leicht quantitative Bestimmungen durchführen. Die Methode erleichtert das Studium der Oxydation von Steinkohle und graphitähnlichen Substanzen.

[1] C. R. Acad. Sci. **245**, 683—686 (1957). D. Jentzsch

Zur Identifizierung der Anthrachinonsulfonsäuren in Gemischen eignen sich, wie M. Večeřa und J. Borecký[1] im Rahmen einer Untersuchungsreihe feststellen, die Benzylthiuroniumsalze der Sulfonsäuren. Sie scheiden sich beim Zusammengießen der wäßrigen Lösungen der Komponenten aus und können durch

Umkristallisieren leicht gereinigt werden. Zur vollständigen Entfernung beigemengter Isomeren ist allerdings 6—7maliges Umkristallisieren notwendig. Die Reinheit der Verbindungen wird durch den Schmelzpunkt und chromatographisch kontrolliert. Die Salze schmelzen durchwegs scharf und die Schmelzpunkte der Isomeren sind genügend voneinander unterschieden. In einer Tabelle im Original sind die Schmelzpunkte (unter dem Mikroskop und in der Capillare), die eutektischen Temperaturen mit Dicyandiamid, die Neutralisationsäquivalente usw. zusammengestellt. Die Ammoniumsalze und die Benzylthiuroniumsalze der Anthrachinonsulfonsäure besitzen in ihren Lösungen einander ähnliche Absorptionsspektren mit einem Maximum bei etwa 259 mμ. Die 1-Naphthylmethylthiuroniumsalze der Sulfonsäuren sind für Zwecke der Identifizierung weniger gut geeignet, weil sie oft unscharf schmelzen. Die ebenfalls untersuchten Dicyclohexylammoniumsalze sind noch schlechter brauchbar.

[1] Chem. Listy **51**, 974—976 (1957) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. f. organ. Synthesen, Pardubice, Rybitví (ČSR). A. Kurtenacker

Die Trennung und Identifizierung einiger Terpene, die im *kalt gepreßten Citronenöl* vorkommen, war Gegenstand einer Untersuchung von R. A. Bernhard[1]. Die Auftrennung erfolgt durch Gas-Verteilungschromatographie, wobei Polyäthylenglykol (Carbowax 600) als flüssige Phase, Diatomeenerde als Trägersubstanz und Helium als Gasphase benützt werden. Di-n-octylphtalat sowie Glycerin als flüssige Phasen sind für die Trennung ungeeignet. Das Chromatogramm wird mit einer Wärmeleitfähigkeitszelle aufgenommen. Die Identifizierung der einzelnen Terpene im Chromatogramm erfolgt an Hand der Retentionsvolumina, die zwar von der Trennkolonne abhängen, deren Verhältnis zueinander aber ein konstantes ist. Auf diese Weise konnten *α-Pinen, Camphen, β-Pinen, D-Limonen* und *β-Phellandren* voneinander getrennt und nachgewiesen werden. — *Trennkolonne.* Es werden 5 Glasrohre (etwa 120 cm lang, 6 mm Innendurchmesser) verwendet, die mittels U-förmiger Glascapillaren miteinander verbunden sind. Jedes Rohr wird mit 100 g ausgeglühter Diatomeenerde (60—80 mesh), die mit 40 g Polyäthylenglykol benetzt ist, gefüllt. Der Kopf der Kolonne wird mit einem Gummistöpsel verschlossen. Am Ende der Kolonne befindet sich als Detektor für den austretenden Gasstrom eine Wärmeleitfähigkeitszelle. Diese Zelle stellt man durch Einschmelzen eines Wolframdrahtes in ein Glasrohr von etwa 15 cm Länge und 7 mm ⌀ her. Die Zelle ist mit einem Schliff an die Kolonne angeschlossen. Die Temperatur des Wolframdrahtes wird durch Widerstandsmessung mit Hilfe einer Wheatstoneschen Brücke bestimmt. Kolonne und Wärmeleitfähigkeitszelle befinden sich in einem elektrisch geheizten Luftbad von 180° C. — *Arbeitsweise.* 10 μl der Probe werden mittels einer Injektionsspritze, deren Nadel etwa 7,8 cm lang ist, in die Kolonne eingespritzt. Hierauf leitet man Helium mit einer Geschwindigkeit von 23 ml/min durch und nimmt die Widerstandsänderung der Wärmeleitfähigkeitszelle in der Zeiteinheit auf. Aus dem erhaltenen Diagramm sind die Retentionsvolumina der vorhandenen Terpene ersichtlich. Zur Eichung der Kolonne wird in gleicher Weise das Retentionsvolumen von α-Pinen festgestellt. Das *Retentionsvolumen* von Camphen ist 1,29, von β-Pinen 1,46, von D-Limonen 2,03 und von β-Phellandren 2,18mal so groß wie das von α-Pinen.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 915—921 (1957). Fruit a. Vegetable Chem. Lab., Pasadena, Calif. (USA). G. Kainz

Über die Infrarotanalyse von α-Halogen-cyclopentanonen berichten F. V. Brutcher jr. und N. Pearson[1]. Die Verff. bauen auf den Arbeiten von Jones[2] sowie Corey[3] auf, wonach das α-Halogenatom des α-Halogen-Cyclohexanons eine

Verschiebung der CO-Frequenz verursacht. Die Verff. beobachten ebenfalls eine Verschiebung bei den α-Halogenprodukten von 1-Indanon sowie Acenaphtenon. Während die CO-Frequenz von Indanon bei 1721 cm^{-1} und von Acenaphtenon bei 1724 cm^{-1} liegt, beträgt die Verschiebung bei Monobromderivaten 12 bzw. 14 cm^{-1}, bei Monochlorderivaten 16 bzw. 18 cm^{-1} und bei Dihalogenderivaten bis zu etwa 30 cm^{-1}.

[1] Chem. and Ind. **1957**, 1295—1296. Univ. Philadelphia, Pennsylvania (USA). — [2] Jones, R. N., D. A. Ramsay, F. Herling und K. Dobriner: J. Amer. chem. Soc. **74**, 2828 (1952). — [3] Corey, E. J., und H. J. Burke: J. Amer. chem. Soc. **77**, 5418 (1955). G. Kainz

Die Polarographie von N-haltigen heterocyclischen Verbindungen hat J. Volke[1] in einer umfassenden Arbeit zusammengestellt. Erörtert werden das Verhalten von *Pyrrol-, Indol-, Pyridin-, Chinolin-, Acridin- und Isochinolin-Derivaten* neben einigen *Alkaloiden*, ferner die Bedingungen zur Reduzierbarkeit, der Einfluß von Substituenten und analytische Anwendungen. Die Verwendung von katalytischen Wasserstoffstufen zur quantitativen Analyse wird als unzuverlässig bezeichnet. Über 100 Literaturzitate sind genannt.

[1] Acta chim. Acad. Sci. hung. **9**, 223—245 (1956). Polarogr. Inst. Prag (ČSR). K. Cruse

---

IV. Spezielle analytische Methoden

1. Analyse von Lebensmitteln

Titration von Säuren in Getränken. J. Koch und G. Schiffner[1] erweitern den Vorschlag von H. Woidich, L. Schmid und H. Gnauer[2] zur *potentiometrischen Titration der Säuren (freie und flüchtige) in Fruchtsäften und Weinen*. Von Woidich[2] wurde eine elektrometrische Titration auf p_H 8,4 vorgeschlagen. Die Verff. finden jedoch bei Titration von 10 g/l der 3 hauptsächlich in Fruchtsäften vorkommenden Säuren, daß die Äquivalenzpunkte von *Äpfel-, Wein- und Citronensäure* nicht zusammenfallen. Weiter wird anhand von Titrationskurven gezeigt, daß die Äquivalenzpunkte der verschiedenen *Fruchtsäfte und Weine* ebenfalls divergieren; so liegt z. B. der Äquivalenzpunkt für *Orangen-* und *Citronensaft* bei p_H 8,4, der von schwarzem *Johannisbeersüßmost* bei p_H 8,0, für *Apfelsaft* bei p_H 7,75, für *Kirschsüßmost* bei p_H 7,5 und für *Traubensaft* oder Wein bei p_H 7,0. Es wird daher vorgeschlagen, alle Säfte und Weine aus *Kern-, Stein-, Beerenobst* sowie aus Wildfrüchten auf p_H 7,0 entweder elektrometrisch oder mit Merckschem Universalindicatorpapier zu titrieren, dagegen bei Citrus- und Ananassäften nach Woidich[2] zu verfahren bzw. die einfache Titration mit Phenolphthalein anzuwenden. Diese Untersuchungsmethodik hat sich den Verff. bei DLG-Leistungsprüfungen für Süßmoste bewährt.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **106**, 119—122 (1957). Inst. Obst- und Gemüseverwertung, Geisenheim/Rhg. — [2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **104**, 97 (1956); vgl. diese Z. **156**, 317 (1957). Hanna Ritzel

Eine verbesserte Methode zur photometrischen Bestimmung von Eisen und Kupfer in Rot- und Weißweinen haben W. M. Banick und G. F. Smith[1] ausgearbeitet. Die Veraschung der Probe wird vermieden. Das neue Verfahren verwendet Bathophenanthrolin (4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin) und Bathocuproin

(4,7-Diphenyl-2,9-dimethyl-1,10-phenanthrolin) als komplexbildende Farbreagentien. Die erhaltenen Metallchelate werden mit Alkohol extrahiert und ihre Extinktionen bei 533 mμ bzw. 479 mμ gemessen. — *Arbeitsweise.* Zur Bestimmung von *Eisen in Rotweinen* werden 5,00 ml der Probe (bei einem Eisengehalt über 10 ppm werden nur 3,00 ml der Weinprobe zur Analyse verwendet) in einem 100 ml-Becher mit 5,0 ml Pufferlösung (Essigsäure-Natriumacetatpuffer, p_H 4,0), 2,0 ml 10%iger wäßriger Hydroxylaminhydrochloridlösung, 1,0 ml 0,01 m äthanolischer Bathophenanthrolinlösung und 2,0 ml 95%igem Äthanol versetzt. Man erhitzt zum Sieden, läßt das Reaktionsgemisch 1 min kochen, spült die heiße Lösung in einen 60 ml-Scheidetrichter, gibt 6 ml Isoamylalkohol zu, schüttelt kräftig 30 sec, wartet etwa 3 min, bis sich die beiden Phasen vollständig getrennt haben, und verwirft die wäßrige Schicht. Anschließend wird der Becher mit 1 ml 95%igem Äthanol und 2 5 ml Wasser gewaschen. Man spült die Waschlösungen in den Scheidetrichter (zum Alkoholextrakt), fügt 10 ml der Pufferlösung (p_H 4,0) hinzu, schüttelt 30 sec, wartet 5 min, bis sich die beiden Phasen getrennt haben, verwirft die wäßrige Schicht, läßt den Alkoholextrakt in einen 10 ml-Meßkolben ab, füllt mit 95%igem Äthanol zur Marke auf und mißt die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung bei 533 mμ unter Verwendung von 1 cm-Küvetten. Vergleichslösung ist ein Gemisch aus Isoamylalkohol und Äthanol (6:4) (man extrahiert 5,0 ml der Weinprobe mit 6 ml Isoamylalkohol und verdünnt den Extrakt im 10 ml-Meßkolben mit 95%igem Äthanol). Der molare Extinktionskoeffizient ist mit 22,400 angegeben. — Bei *Weißweinproben* wird ein etwas vereinfachtes Verfahren angewendet. Man erhitzt das Reaktionsgemisch, das in derselben Weise, jedoch ohne Zugabe der 2,0 ml 95%igem Äthanol angesetzt wird, zum Sieden, kocht 1 min, kühlt ab, spült mit 1 ml 95%igem Äthanol und 2 bis 5 ml-Portionen Wasser in den Scheidetrichter, gibt 6 ml Isoamylalkohol zu, schüttelt 2 min, wartet 5 min, bis sich die beiden Phasen vollständig getrennt haben, füllt den Alkoholextrakt im 10 ml-Meßkolben mit 95%igem Äthylalkohol zur Marke auf und beendet die Analyse in der beschriebenen Weise. — Zur Bestimmung von *Kupfer in Rot- und Weißweinen* werden 5,00 ml der Probe in einem 60 ml-Scheidetrichter mit 5,0 ml Pufferlösung (p_H 4,0), 0,2 ml $CuSO_4$-Lösung (die Cu-Standardlösung soll im Gramm 0,1277 mg Cu enthalten und wird unter Verwendung von Wägebüretten abgemessen), 2,0 ml 10%iger wäßriger Hydroxylaminhydrochloridlösung und 2,0 ml 0,01 m äthanolischer Bathocuproinlösung versetzt. Man schüttelt 2 min, verwirft die wäßrige Phase, gibt 5 ml Ammoniumacetatpuffer (p_H 7,1) und 5 ml Wasser zu, schüttelt 1 min, wartet, bis sich die beiden Phasen getrennt haben (nach 5 min), füllt den Alkoholextrakt im 10 ml-Meßkolben mit 95%igem Äthanol zur Marke auf und bestimmt die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung bei 479 mμ unter Verwendung von 1 cm-Küvetten. Vergleichslösung ist wie bei der Eisenbestimmung ein Gemisch aus Isoamylalkohol und 95%igem Äthanol (6:4). Der molare Extinktionskoeffizient ist mit 14,200 angegeben. Für alle Bestimmungen werden Blindversuche entsprechend durchgeführt. An Hand von Eichkurven wird ausgewertet. Kontrollanalysen, die nach den sonst üblichen Verfahren durchgeführt worden sind, bestätigen die Brauchbarkeit der nach der neuen Methode erhaltenen Ergebnisse.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 464—472 (1957). Univ. Urbana, Ill. (USA).
K. Machner

Zur papierchromatographischen Abtrennung und oxydimetrischen Bestimmung von Sorbit im Wein beschreiben K. Täufel und K. Müller[1] eine Arbeitsweise, die mit relativ wenig Zeitaufwand durchführbar ist, sich für Reihenuntersuchungen von Weinen besonders eignet und noch 20 mg Sorbit in 1 l Wein mit Sicherheit

qualitativ erfassen läßt. Zur *Entfernung des gärfähigen Zuckers im Wein* nach K. Täufel und K. Müller[2] versetzen die Verff. 150 ml Wein im 300 ml-Erlenmeyer-Kolben mit 7,5 g Bäckerhefe und halten den Ansatz unter ständigem Durchsaugen von Luft 2 Std bei 30° C im Thermostaten. (Bei alkoholreichem Wein muß ein Teil des Alkohols vor der Behandlung abdestilliert werden.) Das verdunstete Wasser wird ersetzt und die Lösung durch Filtration oder Zentrifugieren geklärt. Die Chromatogramme werden (2×24 Std) bei absteigender Arbeitsweise mit n-Butanol/Aceton/Wasser (4:1:5) entwickelt. Zum qualitativen Nachweis werden auf den Startpunkt 10mal je 5 μl des vorgegorenen Weins aufgetragen (Zwischentrocknung mit Föhn). Darauf empfehlen die Verff. entweder eine Behandlung nach Trevelyan[3] mit acetonischer Silbernitratlösung, anschließender Trocknung und Besprühung mit 0,5 n wäßrig-alkoholischer Natronlauge, kurzes Baden des Streifens in 6 n Ammoniak und einstündiges Wässern, oder vor allem nach M. L. Wolfrom und J. B. Miller[4] ein Besprühen mit einer 1%igen wäßrigen Lösung von Natriumperjodat und nach 3—4 min mit einer frischbereiteten, 1%igen wäßrigen Lösung von Kaliumpermanganat und Entfernen des überschüssigen Permanganats durch Waschen mit Wasser. Nach Wolfrom[4] wird dann das luftgetrocknete Chromatogramm mit folgendem Reagens behandelt: 1 g Benzidin, 9 g Trichloressigsäure, 20 ml Eisessig, 160 ml absol. Alkohol. Dabei wirkt das an den Stellen des Sorbits ausgeschiedene Mangandioxyd als Oxydans des Benzidins. Blaue Flecken von Benzidinblau zeigen die sorbithaltige Zone an. Bei der quantitativen Bestimmung wird die das Sorbit enthaltende Zone aus dem Papier ausgeschnitten, zerkleinert, unter 15 min langem Umschütteln mit genau 10 ml Wasser bei Zimmertemperatur extrahiert. Nach F. Rappaport, I. Reifer und H. Weinmann[5] werden 5 ml der sorbithaltigen Lösung mit 5 ml Perjodatlösung (1 g KJO_4 auf 1 l Wasser) und 2 ml 5%iger Schwefelsäure versetzt, 20 min im Wasserbad erhitzt, nach dem Abkühlen mit Natronlauge gegen Phenolphthalein neutralisiert und mit 5 ml Natriumacetatpufferlösung (120 g Natriumacetat in Wasser + 5,8 ml konz. H_2SO_4 auf 1000 ml Wasser) versetzt. Es wird nach Zugabe einiger Körnchen Kaliumjodid mit 0,005 n Natriumthiosulfatlösung titriert. Der Papierblindwert muß ermittelt werden. Die in unverfälschtem Traubenwein möglichen sehr geringen Mengen an Sorbit führen nur zu einem sehr schwach positiven Ausfall des qualitativen Nachweises und beeinträchtigen das Verfahren nicht.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **106**, 123—128 (1957). Inst. Ernährungsforsch. Potsdam-Rehbrücke. — [2] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **103**, 272 (1956); vgl. diese Z. **154**, 306 (1957). — [3] Trevelyan, W. E., D. P. Procter und J. S. Harrison: Nature (London) **166**. 444 (1950); vgl. diese Z. **137**, 115 (1952/53). — [4] Analyt. Chemistry **28**, 1037 (1956); vgl. diese Z. **155**, 300 (1957). — [5] Mikrochim. Acta **1**, 290 (1937); vgl. diese Z. **115**, 357 (1938/39).

Hanna Ritzel

Zur Bestimmung von Cer in Whisky[1] haben M. J. Pro und R. A. Nelson[2] das von N. Conca und C. Merritt jr.[3] angegebene spektrophotometrische Verfahren umgearbeitet. — *Ausführung.* 50 ml Whisky werden in einer sorgfältig gereinigten Platinschale (die Schale wird erst mit konz. Salzsäure, danach mit konz. Schwefelsäure ausgekocht) zur Trockne verdampft und anschließend verascht. Man löst die Asche in 1 ml konz. Schwefelsäure, erhitzt auf einer Asbestplatte, bis die Säure fast vollständig abgeraucht ist, läßt abkühlen, verdünnt mit 5,0 ml Wasser (die Lösung muß sauer sein), gibt 5,0 ml 50%ige K_2CO_3-Lösung zu, mischt gut durch und mißt die Extinktion der erhaltenen Lösung bei 340 mμ unter Verwendung von 1 cm-Quarzküvetten. Vergleichslösung ist 25%ige K_2CO_3-Lösung. Ein Blindversuch wird entsprechend durchgeführt. An Hand einer Eichkurve wird

ausgewertet. Im Bereich von 0,1—5 μg/ml Cer folgt die Kurve dem Beerschen Gesetz. Die Beleganalysen zeigen ausreichende Übereinstimmung mit den erwarteten Werten.

[1] Frühere Mitteilungen vgl. diese Z. **157**, 285 (1957); **160**, 61 (1958). — [2] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 932—936 (1957). Alcohol a. Tobacco Tax Div. Lab., Internal Revenue Service, Washington D.C. (USA). — [3] Analyt. Chemistry **28**, 1264 (1956); vgl. diese Z. **155**, 363 (1957). K. Machner

Zum Nachweis von technischem Invertzucker in Honig modifizieren S. N. Mitra und R. K. Chatterji[1] die Anilinchloridmethode[2], die unter Umständen bei zu stark erhitztem, reinem Bienenhonig Verfälschungen vortäuschen kann, während die modifizierte Methode nur bei den wirklich mit technischem Invertzucker verfälschten Proben positiv ausfällt. — *Arbeitsweise.* 6 ml einer verd. wäßrigen Honiglösung (1+2) werden im Reagensglas mit 4 ml einer Anilinchloridlösung (frisch bereitete Mischung von 10 ml Anilin und 3 ml Salzsäure, [D 1,125]) versetzt, $^1/_2$ min vorsichtig geschüttelt und 1 Std stehen gelassen. Bei Anwesenheit von technischem Invertzucker färbt sich die obere, oft getrübte Phase rot, bei reinem Bienenhonig zeigt sich ein hellgelber Farbton, bei überhitztem reinen Bienenhonig ein schmutziges Schokoladebraun, bei überhitzten, mit technischem Invertzucker verfälschten Proben ein zwar dunkles, aber deutlich wahrnehmbares Rot.

[1] Sci. and Cult. **23**, 97—98 (1957). West Bengal Public Health Lab., Calcutta (Indien). — [2] Association of Official Agricultural Chemists: Official Methods of Analysis of the A.O.A.C. 7th. ed. 1950, p. 521. Hanna Ritzel

Eine Berechnung des Anteils an Magermilchpulver in Brot mit Hilfe der Formoltitration hat H. Shipstead[1] ausgearbeitet. Das Verfahren macht von der Tatsache Gebrauch, daß das Milcheiweiß wegen seines höheren Lysingehaltes auch einen höheren Formoltiter (Formol-N/Gesamt-N) besitzt. Man wägt soviel Substanz ein, daß bei der Formoltitration 5—10 ml 0,05 n Natronlauge verbraucht werden. Diese Menge, die auf 0,01 g genau eingewogen wird, hängt vom Eiweißgehalt und vom Formoltiter ab. Sie wird in einem Mixgerät mit 250 ml 10%iger Natriumsalicylatlösung und 5 Tropfen 2-Octanol nach Zugabe von 1 n Natronlauge bis auf p_H 8—9 gemischt. Die Mehlproteine sind in 10 min peptisiert (Hefeproteine erfordern 30 min bei stärkerer Vermischung.) Man überführt die Lösung in ein 600 ml-Becherglas und spült mit etwa 50 ml Wasser in drei Anteilen nach. Man kühlt auf 25° C ab, stellt den p_H-Wert mit 0,05 n Natronlauge auf 9,00 ein und deckt das Glas mit Karton ab, um die Absorption von CO_2 aus der Luft zu verhindern. Man kontrolliert nach 5 min den p_H-Wert und stellt, falls erforderlich, erneut auf 9,00 ein. Dann gibt man 10,00 ml nicht neutralisierte 36—38%ige Formaldehydlösung hinzu und titriert sofort mit 0,05 n Natronlauge bis auf p_H 9,00. Nach 5 min Stehen wird der p_H-Wert nachgestellt. Von dem so erhaltenen Wert zieht man den Blindwert ab, den man erhält, wenn man ohne die Probensubstanz die gleiche Prozedur vornimmt. 1 ml 0,05 n Natronlauge entspricht $0{,}014 \times 0{,}05 = 0{,}00070$ g N. Aus den Durchschnittswerten von mehreren Mehlproben und Magermilchpulverproben wurde eine graphische Darstellung entworfen, die aus dem Formoltiter und dem Gesamt-N den Gehalt an Magermilchpulver abzulesen erlaubt, vorausgesetzt daß keine anderen Eiweiße oder Aminosäuren zugesetzt worden sind.

[1] Cereal Chem. **34**, 267—276 (1957). Univ. Davis, Calif. (USA). L. Acker

Namen- und Sachverzeichnis des 161. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Aarts, E. M., siehe Mulder, G. J.

A.B.C.M.-S.A.C. Committee on Methods for the Analysis of Trade Effluents, Bestimmung von Aluminium und Zink in Wasser 56. — Bestimmung von Stickstoff in Abwässern 382. — Bestimmung von Phenolen und Sulfid in Abwässern 383

Abelin, I., siehe Raaflaub, J.

Abraham, S., siehe Katz, J.

Abrahamse, J. C., Boelhouwer, C., und Waterman, H. I. Strukturanalyse von stark cyclisch gebauten gesättigten Kohlenwasserstoffpolymeren 217

Ackermann, P. G., Toro, G. und Kountz, W. B. Trennung von Serumlipoproteiden 152

Adams, D. F., und Koppe, R. K. Bestimmung von Fluor 147

Adams, D. F., Koppe, R. K., und Mayhew, D. J. Bestimmung von Fluor im Rinderharn 146

Adcock, L. H. Abtrennung von Kohlenstoff als Bariumcarbonat bei der Untersuchung von Verbindungen mit ^{14}C 375

Adibek-Melikjan, A. I., und Sarkisjan, R. S. Durchführung der organischen Halbmikroelementaranalyse in einer makroanalytischen Apparatur 278

Aeschlimann, F., Bethge, P. O., und Eggers, J. H. Zur Colorimetrie des Furfurols I. Mitteilung. Die Stenhouse-Reaktion primärer aromatischer Amine 324 [Or]

AGFA, Aktiengesellschaft für Photofabrikation, Mitteilungen aus den Forschungslaboratorien der Agfa, Leverkusen-München 298 [L]

Albers-Meyer, W., und Krampitz, G. Polychromer Nachweis aromatischer Kohlenwasserstoffe 292

Alimarin, I. P., Beljavskaja, T. A., und Bažanova, L. A. Trennung von Titan(IV) und Chrom(III) durch Ionenaustausch-Chromatographie 121. — Siehe auch Petrikova, M. N., sowie Sirotina, I. A.

Allsopp, H. J. Bestimmung von metallischem Zink in Zinkoxyd 312

Amano, K., siehe Yasuda, K.

Ambrose, A. D., siehe Muir, S.

Amin, A. M. Mikrobestimmung von Calcium 118

Anderegg, G., Flaschka, H., Sallmann, R., und Schwarzenbach, G. o-Kresolphthaleinkomplexon als Metallindicator 369

Andersson, B., siehe Gabrielson, G.

Andrew, T. R. Bestimmung von Silicium in Nickellegierungen 306

Anson, M. L., Bailey, K., Edsall, J. T. Advances in Protein Chemistry 316 [L]

Antipova, N. P., siehe Šatenštejn, A. I.

Arakawa, H., siehe Tanaka, S.

Archibald, R. M. Bestimmung von Harnsäure in Plasma und Serum 158

Arène, M., siehe Guntz, A. A.

Armstrong, W. H., siehe Nunez, L. J.

Arvia, A. J., und Brodersen, P. H. Konduktometrische Hochfrequenztitrationen mit doppelt abgestimmtem Stromkreis 198

Asahi, Y. Polarographische Bestimmung von Campherderivaten 231. — Abhängigkeit der Halbstufenpotentiale von der Struktur von Campherderivaten 232. — Kinetik der hydrolytischen Zersetzung von 6-Oxocampher 231. — Bestimmung von 8-Oxocampher 232. — Untersuchung von Aldehydderivaten von 10-Oxocampher 231

Aspinall, G. O., und Ferrier, R. J. Bestimmung des bei der Oxydation von Kohlenhydraten verbrauchten Perjodats 290

Athavale, V. T., siehe Nadkarni, M. N.

Atkinson, L. F., siehe Horowitz, R. M.

Awaya, H., Miyoshi, S. und Motojima, K. Spektrophotometrische Bestimmung kleiner Mengen Aluminium und Eisen in Alkaliverbindungen 397

Babenko, A. S. Empfindlichkeit des Magnesiumnachweises mit Jod 118
Babko, A. K., und Drako, O. F. Photometrische Bestimmung von Wolfram und Molybdän in Form ihrer Rhodanidkomplexe 126
Bailey, K., siehe Anson, M. L.
Baker, M. O., siehe Kincannon, C. B.
Baker, N., siehe Katz, J.
Banick, W. M., und Smith, G. F. Photometrische Bestimmung von Eisen und Kupfer in Rot- und Weißweinen 461
Bányai, E., siehe Erdey, L.
Barabas, S., und Cooper, W. Ch. Schnellbestimmung von Eisen, Nickel und Blei in Blister- und Raffinade-Kupfer 60
Bardin, M. V., und Ljalikov, Ju. S. Amperometrische Titration des Palladiums 131
Barltrop, J. A., und Morgan, K. J. Titration von Wasser mit Essigsäureanhydrid 206
Barnard, D., und Hargrave, K. R. Bestimmung von Sulfoxyden 450
Barnett, G. A., siehe Milner, G. W. C.
Barrow, R. F., siehe Premaswarup, D.
Bastian, R., Weberling, R., und Palilla, F. Bestimmung von Eisen 313
Bates, R. W., siehe Cohen, H.
Baum, W. A., und Dunkelman, L. Bestimmung von Ozon in der Atmosphäre 54
Baykut, F., und Baykut, S. Papierchromatographie aliphatischer gesättigter Monocarbonsäuren 453
Baykut, S., siehe Baykut, F.
Bažanova, L. A., siehe Alimarin, I. P.
Becke, F., siehe Chwalla, A.
Bedekian, A., siehe Weill, C. E.
Beffa, C., siehe Natelson, S.
Belcher, R., und Godbert, A. L. Bestimmung von Chlorid in organischen Substanzen mit hohem Chlorgehalt 283
Belcher, R., MacDonald, A. M. G., und Parry, E. Mohrsche Methode zur Bestimmung von Chloriden 128
Beljajeva, V. K., siehe Rjabčikov, D. I.
Beljavskaja, T. A., siehe Alimarin, I. P.
Bellamy, L. J. Ultrarot-Spektrum und chemische Konstitution 194 [L]
Belogorskaja, N. V., Petrašen, V. I., und Rudoi, B. Z. Oxydation von dreiwertigem zu sechswertigem Chrom mittels Perchlorsäure 126
Bene, E., und Géczy, K. Bestimmung von Farbstoffen in Textilhilfsmitteln 218
Benkö, I., und Szádeczky Kardoss, G. Spektrographische Bestimmung von Spurenelementen in Kohlenaschen 210
Berenblum, I., und Chain, E. Bestimmung von Phosphaten 145, 309
Bereznickaja, Je. G., siehe Klimova, V. A.
Berg, E. W., und Senn, W. L. Abtrennung von Rhodium durch Ionenaustausch 132
Bergkvist, R., und Deutsch, A. Trennung der Adenosinphosphate 145
Berisso, B. Nachweis von Piperazin und α-Dimethylpiperazin 53
Berka, A., und Zýka, J. Bestimmung von Verbindungen mit der Allyl-Gruppe 46
Berkman, S., siehe Sobel, C.
Berman, S. S., siehe Cluett, M. L.
Bermes jr., E. W., siehe McDonald, H. J.
Bernhard, R. A. Trennung und Identifizierung einiger Terpene 460
Bernsohn, J. Isolierung von Serumlipoproteiden durch Zonenelektrophorese 152
Bethge, P. O., siehe Aeschlimann, F.
Beyrich, T., siehe Pohloudek-Fabini, R.
Bhattacharya, A. K., siehe Gupta, T. Ch.
Biggs, A. I. Identifizierung schwacher organischer Säuren 51
Bird, W. L., und Hale, C. H. Polarographische Bestimmung von Acrylnitril in Wasser 383
Blaschczyk, G., siehe Houdremont, E.
Blass, K., siehe Klimke, R.
Blažek, J., Mareš, V., und Stejskal, Z. Bestimmung einiger Antihistaminica 398
Blažek, J., und Stejskal, Z. Bestimmung von 1-Methyl-4-amino-N′-phenyl-N′-(2-thenyl)-piperidin 400
Blix, G. Bestimmung von Hexosaminen 456. — Bestimmung von Glucosamin 153
Bloch, L., und Thienpont, R. A. J. Potentiometrische Bestimmung von Vanadium in Schlacken und Erzen von Schwermetallen 309
Blöckinger, G. Bestimmung von Mercaptobenzthiazol in technischen Produkten Kaptax und Altax 218

Blumenthal, H. Bestimmung von Vanadium in Schlacken und Erzen von Schwermetallen 309
Blumer, M. Entfernung von elementarem Schwefel aus Kohlenwasserstoff-Fraktionen 214
Bobrova, M. I., und Matvejeva, A. N. Polarographische Bestimmung des 2,2'-Azo-bis-isobutyronitrils sowie anderer Nitrile 288
Bobtelsky, M., und Eisenstadter, J. Bestimmung von Gold und Palladium 436
Bobtelsky, M., und Rafailoff, R. Mikroheterometrische Bestimmung von Cadmium mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 440. — Bestimmung von Zirkonium-Äthylen-diamintetraacetat-Komplexen 444
Bock, R., und Hoppe, T. Verteilung von Polyjodiden zwischen wäßrigen Lösungen und organischen Lösungsmitteln 128
Bockskhammer, H., siehe Wittmoser, A.
Boelhouwer, C., Mouton, E. J., van der Wal, P., und Waterman, H. I. Strukturanalyse von Polymerisationsproduktion von Propen und n-Buten 218
Boelhouwer, C., und Waterman, I. Strukturanalyse von Kohlenwasserstoffpolymeren 217. — Siehe auch Abrahamse, J. C.
Böswart, J., und Jindra, A. Extraktion der Opiumalkaloide aus Mohnköpfen (Mohnstroh) 237. — Abtrennung des Morphins aus Opium mit Hilfe von Ionenaustauschern 238. — Siehe auch Jindra, A.
Bognár, J., und Veresköi, J. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 284
Bohnstedt, U., und Budenz, R. Bestimmung von Phosphat 447
Bojkina, B. S., siehe Peregud, Je. A.
Bonastre, J., und Pointeau, R. Bestimmung von Schwermetallkationen in Wein 134
Bond, A. D., siehe Kepner, R. E.
Bondarenko, A. M., siehe Martinčenko, I. U.
Bone, A. D., siehe Weil-Malherbe, H.
Bonsels, W., siehe Pohl, F. A.
Bootzin, D., siehe LeMar, R. L.
Borecký, J., siehe Večeřa, M.
Boyle, A. J., siehe Zlatkis, A.
Bozsai, I. Polarometrische Bestimmung kleiner Silbermengen in Kupferlegierungen und Loten 58
Bradfield, E. G. Colorimetrische Bestimmung von Mangan in pflanzlichem Material 77
Brandštetr, J., siehe Vřešťál, J.
Brasseaux, D. J., siehe Schwartz, R. D.
Braun, K.-H. Chelatometrische Untersuchung galvanischer Kupfer- und Nickelbäder 313
Bricker, C. E., und Waterbury, G. R. Bestimmung geringer Mengen Wolfram in Uran-Tantal-Wolframlegierungen 67
Brilmayer, C. H., Edel, H. H., und Littig, M. Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin in Harn und Blut 154
Brinton, P. H. M.-P., siehe Sarver, L. A.
Broda, E., siehe Schönfeld, T.
Brodersen, P. H., siehe Arvia, A. J.
Brodie, B. B., Udenfriend, S., und Coburn, A. F. Bestimmung von Salicylaten im Plasma 160
Bromberg, Ph. A., siehe Weissmann, B.
Brooker, E. G. Identifizierung von 5-Isoamyl-5-äthylbarbitursäure und des Mononatriumsalzes der 5-Äthyl-5-(1-methyl-butyl-barbitursäure) 399
Brown, W. G. Bestimmung von 4-Aminodiphenyl 208
Brügel, W. Einführung in die Ultrarotspektroskopie 193 [L]
Brühlmann, R., und Piatti, L. Verbesserung der maßanalytischen Borbestimmung in Eisenmetallen 68
Bruns, B. P., Karceva, V. D., Savickaja, Je. M., und Korobickaja, A. A. Bestimmung von Streptomycin und Mannosidostreptomycin in Kulturflüssigkeiten und Halbprodukten der Streptomycingewinnung 230
Brutcher jr., F. V., und Pearson, N. Infrarotanalyse von α-Halogencyclopentanonen 460
Bucher, R., siehe Kick, H.
Budenz, R., siehe Bohnstedt, U.
Buděšínský, B., Mňouček, K., Jančík F., und Kraus, E. Bestimmung von Methylvinylketon allein und im Gemisch mit Polymeren 451. — Siehe auch Jančík, F.
Büchi, J., und Schumacher, H. Trennung der Opiumalkaloide und ihre Reinheitsprüfung 237
Bugat, N., siehe Lacroix, Y.
Bulušek, J., siehe Večeřa, M.
Burger, K., siehe Schulek, E.
Burke, H. J., siehe Corey, E. J.

Busev, A. I. Komplexometrische Titration von Wismut 124. — Siehe auch Čerkesov, A. I.

Cabell, M. J. Zusammensetzung der Thoriumkomplexe mit Aminopolycarbonsäuren 122
Cabell, M. J., und Smales, A. A. Bestimmung von Rubidium und Caesium in Gesteinen, Mineralien und Meteoriten 394
Cabo-Torres, J. Wertbestimmung von Digitalisblättern 233
Calais, D., siehe Robillard, A.
Campbell, W. J., Carl, H. F., und White, Ch. E. Quantitative Germaniumbestimmung in Kohle und Kohleaschen 211
Campen, W. A. C., und Dumoulin, H. Bestimmung von Kobaltzusätzen in Mineralgemischen zur Tierernährung 222
Campen, W. A. C., und Geerling, H. Bestimmung von Kobaltzusätzen in Mineralgemischen 223
Capitán-García, F., und Parelladа-Bellod, R. Bedingungen für die UV-spektrophotometrische Bestimmung des Phenoxthins 54
Carl, H. F., siehe Campbell, W. J.
Carr, J. J., und Drekter, I. J. Extraktion und Bestimmung des Gesamtcholesterins im Serum 79
Casares Aler, R. Bestimmung von Harnsäure im Blut 158
Castiglioni, A. Die chromatographische Analyse des Xeroforms 40 [Or] — Gaschromatographische Analyse von Tetralin-Decalinmischungen 191 [Or]
Čefelín, P., und Šittler, E. Quantitative Bestimmung von ε-Caprolactam in Polymeren 74
Cefola, M., siehe Payton, P. L.
Čelechovský, J., und Krejčí, V. Photometrische Bestimmung von Antipyrin 398
Celsi, S. A. Acidimetrie und Alkalimetrie in nichtwäßrigen Medien 371
Ceriotti, G., und Spandrio, L. Mikrobestimmung von Arginin 150
Čerkesov, A. I., und Busev, A. I. Nachweis von Antimon 123
Chain, E., siehe Berenblum, I.
Chalitov, R. Š., siehe Michailova, G. V.; sowie Turovceva, Z. M.
Chang, siehe Tiao-Hsü Chang
Charles, R. G., und Johnston, W. D. Kristalldaten von einigen pulverförmigen N-Alkylsalicylaldimin-Chelaten 203
Chatterji, R. K., siehe Mitra, S. N.
Cheng, K. L., siehe Lott, P. F.
Cheronis, N. D. Micro and Semimicro Methods 275 [L]
Cheronis, N. D., und Entrikin, J. B. Semimicro Qualitative Organic Analysis The Systematic Identification of Organic Compounds 275 [L]
Chiang, S.-P., und Freeman, S. Papierchromatographische Trennung von Salicylaten 160
Chimčenko, N. V. Farbdefektoskopie von Stählen 72
Christianov, V. K., und Panov, G. I. Bestimmung des Borgehaltes in Gesteinen durch Neutronenaktivierung 308
Chwalla, A., Martina, A., und Becke, F. Quantitative Bestimmung von Farbstoffen 218
Cífka, J., siehe Ryba, O.
Čiháková, M., und Zýka, J. Titrationen mit Quecksilberkomplexsalzen 225
Činková, O., siehe Jančik, F.
Ciuhandu, Gh. Mikromethode für die photometrische Kohlenmonoxydbestimmung in der Luft 345 [Or].
Clark, T. J., Louloudes, J. S., und Roan, C. C. Vermeidung von Verseuchungen radioaktiver Präparate bei der Überführung 363
Clinch, J., und Simpson, E. A. Bestimmung von Thorium und seltenen Erden in Monazit 396
Cluett, M. L., Berman, S. S., und McBryde, W. A. E. Abtrennung von Rhodium durch Ionenaustausch 132
Čmutov, K. V., siehe Maslova, G. B.
Coburn, A. F., siehe Brodie, B. B.
Cocking, E. C., und Yemm, E. W. Trennung von Aminosäuren 149
Codell, M., und Norwitz, G. Bestimmung von Kohlenstoff in Brom 73
Cogswell, H. W., siehe Nunez, L. J.
Cohen, H., und Bates, R. W. Oestrogenbestimmung 155
Cohen, S. S., siehe Wyatt, G. R.
Cole, L. J., siehe Main, R. K.
Coleby, B. Bestimmung von Lipoperoxyden 206
Coleman, O. J., siehe Strode jr., C. W.
Conca, N., und Merritt jr., C. Bestimmung von Cer in Whisky 463
O'Connor, R. T. siehe unter „O"
Conway, H. S., siehe Oita, I. J.
Cooke, W. D., siehe Nikelly, J. G.

Cooper, S. S. Nachweis der Stabilität wäßriger Tetraphenyloboratlösungen 364
Copper, W. Ch., siehe Barabas, S.
Corey, E. J., und Burke, H. J. Infrarotanalyse von α-Halogencyclopentonen 460
Cosgrove, J. F., und Morrison, G. H. Bestimmung von Fremdmetallen in Wolfram durch Aktivierungsanalyse 304
Coursier, J., Huré, J., und Platzer, R. Bestimmung von Spuren Bor in Silicium 385
Cramer, C. H., siehe Sanders, W. F.
Crimmin, W. R. C. Stabilität von Chelatkomplexen 363
Crummett, W. B., siehe MacNevin, W. M.
Crumpton, M. J. Säulenchromatographische Abtrennung von Talosamin von anderen Aminohexosen 291
Cullis, C. F., siehe Hashmi, M. H.
Czanderna, A. W., und Honig, J. M. Empfindliche Mikrowaage für Gasadsorptionsuntersuchungen und Gasdichtebestimmungen 204
Czermann, J., siehe Hesp, W.
Czike, K., und Fodorné, C. P. Bestimmung des Deuteriumoxydgehalte. von Wasser 56.

Dalhamn, T. Bestimmung von Sauerstoff in Blut 79
Dannenberg, E. Bestimmung von Hämoglobin und Herstellung von Cyan-Methämoglobinlösungen 155
Datta, S. K. 2-Hydroxy-3-naphthoesäure und ihre Derivate als analytisch Reagentien 367
Daues, G. W., und Hamner, W. F. Bestimmung von Acrylnitril in Wasser und industriellen Abwässern 383
David, L. J. Säurezahl des aus Malerfarben extrahierten Leinöls 219
Davis, H. M., siehe Kotyk, M.
Davis, R. E., und McCrea, J. M. Reproduzierbare Einführung kleiner Mengen flüssiger Analysensubstanzen zur gaschromatographischen Trennung 44
Dede, L., siehe Szarvas, P.
De Ligny, C. L., siehe de Ligny, C. L.
Dembo, A. G., und Tichvinskij, S. B. Bestimmung des Sauerstoffgehaltes in Blut 79
Demek, M., siehe Epstein, J.
Desbaumes, P., siehe Deshusses, J.
Deshusses, J., und Desbaumes, P. Papierchromatographischer Nachweis von Vanillin und Äthylvanillin 139
Deutsch, W., siehe Bergkvist, R.
Devanathan, M. A. V., Fernando, Q., und Peries, P. Mikrobestimmung von Thiosulfat mit elektrolytisch erzeugtem Jod 125
Dewald, W., Schmidt, H., und Neeb, K.-H. Untersuchung kondensierter Phosphate 314
Deye, J. F., siehe Phillips, J. P.
Diener, E. W., und Wertan, S. Bestimmung der Säurezahl 219
Dixon, J. S., und Lipkin, D. Bestimmung des bei der Oxydation wasserlöslicher Kohlenhydrate verbrauchten Perjodats 290
Dobáš, J. Reinheitsprüfung von Triphenylmethanfarbstoffen 219
Dobriner, K., siehe Jones, R. N.
Döger, S., siehe Kauko, Y.
Doležal, J., und Novák, J. Polarographische Bestimmung von Kobalt im Stahl und in Erzen 392
Doll, W., und Specker, H. Spurenanreicherungen in Ackerböden mit selektiver Abtrennung von Eisen 354 [Or]
Doppler, G., siehe Khalifa, H.
Doskočil, J., siehe Hoffman, J.
Dounce, A. L., siehe Kay, E. R. M.
Drako, O. F., siehe Babko, A. K.
Drekopf, K., und Winzen, W. Bestimmung von Calcium und Strontium nebeneinander 437
Drekter, I. J., siehe Carr, J. J.
Dubrisay, R. Anwendungen physikalischer Grenzflächenerscheinungen in der chemischen Analyse 202
Ducret, L., Bestimmung von Bor in Silicium 385
Ducret, L., und Seguin, P. Trennung und Bestimmung von Spuren Bor in Silicium 385
Duggan, E. L., und Stevens, V. L. Automatische Titrationsapparatur zur Untersuchung der physikalisch-chemischen Eigenschaften von Nucleinsäuren 205
Dumoulin, H., siehe Campen, W. A. C.
Dunkelman, L., siehe Baum, W. A.
Du Pré, E. F., siehe O'Connor, R. T.
Durand, M., siehe Paris, R.
Durrans, Th. H. Solvents 299 [L]
Dušinský, G. Prinzip der Dead-stop-Methode und ihre Anwendungsmöglichkeiten in der pharmazeutischen Analyse 224. — Oxydimetrische Bestimmung von N-(2-Diäthylaminoäthyl)-phenothiazin 229

Duavl, Cl. Infrarotspektren von Aminosäuren 148
Duval, Cl., Wadier, C., und Servigne, Y. Thermostabilität analytischer Standards 202
Duyckaerts, G., siehe Sauvenier, Gh.

Easterbrook, W. C. Natriumcarbonat als Urtitersubstanz 366
Easterwood, M. Bestimmung von Glykolat in roher Carboxymethylcellulose 73
Eberle, A., R., und Lerner, M. W. Spektrophotometrische Bestimmung von Uran mit Oxin mit vorhergehender Trennung von Thorium und anderen Metallen in Erzen 395
Eby, L. T., siehe McNall, L. R.
Eckert, G. Bestimmung von Mikrogrammengen Silicium als Silicomolybdänblau 421 [Or]
Edel, H. H., siehe Brilmayer, C. H.
Edsall, J. T., siehe Anson, M. L.
Edwards, J. W., und Milner, G. W. C. Bestimmung von Cer in Wismutlegierungen 386. — Siehe auch Milner, G. W. C.
Eggers, J. H., siehe Aeschlimann, F.
Eggleston, L. V., und Hems, R. Chromatographische Bestimmung von Phosphaten 145
Eisenstadter, J., siehe Bobtelsky, M.
Ekladius, L., und King, H. K. Mikrobestimmung aliphatischer Amine in biologischem Material 147
El-Badry, H., McDonnell, F. R. M., und Wilson, C. L. Nachweis von Cer und anderen Metallen nach dem Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442
Ellerington, T., und Nicholls, J. J. Bestimmung von Essigsäureanhydrid in Mischungen mit Essigsäure 289
Elliott, M. C., siehe Paige, B. E.
Elson, L. A., und Morgan, W. T. J. Bestimmung von Hexosaminen 456. — Bestimmung von Glucosamin 153
Elwell, W. T., und Wilson, H. N. Colorimetrische Bestimmung von Phosphor in Stahl und Kupferlegierungen 70
Emery, J. F., siehe Phillips, J. P.
Endres, H., siehe Grassmann, W.
Englis, D. T., und Wollermann, L. A. Bestimmung von Vanillin durch UV-Absorption 139
Entrikin, J. B., siehe Cheronis, N. D.
Epstein, J., Demek, M., und Wolff jr. V. C. Bestimmung von Sarin 221
Erdey, L., und Bányai, É. Über Fällungsaustauschreaktionen 16 [Or]
Erdey, L., und Fleps, V. Bestimmung des Phosphatgehaltes in Bauxiten 309
Erdey, L., Gegus, E., und Kocsis, E. Bestimmung von Magnesium, Zink, Vanadium und Chrom in Reinaluminium 384
Erdey, L., und Szabadváry, F. Variaminblau als colorimetrisches Reagens 366
Erdey, L., und Vigh, K. Permanganometrische Vanadiumbestimmung in Ferrovanadin 72
Estevan, J., und Serra, J. Chlorbestimmung in organischen Substanzen mit hohem Chlorgehalt 283
Evans, J. V., siehe Mounib, M. S.
Evelyn, K., A., und Malloy, H. T. Bestimmung von Blut in Leberproben 156

Faivre, R., siehe Marion, F.
Farag, A., siehe Kahlifa, H., sowie Korkisch, J.
Fauconnet, L., und Kreis, K. Papierchromatographische Analyse von Digitalisglykosiden 232
Fefer, M., siehe King, L. C.
Feigl, F., und Jungreis, E. Ultramicro Detection of Iodine in Inorganic and Organic Compounds 87 [Or]
Feigl, F., und Silva, E. Schmelzreaktionen mit Benzoylperoxyd in der organischen Tüpfelanalyse 448
Feigl, F., und Stark-Mayer, C. Nachweis von p-Nitranilin mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 457
Fernando, Q., siehe Devanathan, M. A. V.
Ferrario, E. Bestimmung von Phenoxthin 54
Ferrier, R. J., siehe Aspinall, G. O.
Feuer, Gy. Papierchromatographische Bestimmung der Schilddrüsen-Hormone 154
Fieser, L. F., und Fieser, M. Lehrbuch der organischen Chemie 274 [L]
Fieser, M., siehe Fieser, L. F.
Finkelštein, D. N., und Krjučkova, G. N. Bestimmung kleiner Mengen Arsen als Molybdänblau 122
Fischer, L., siehe Vincent, M. C.
Fischer, R. B., siehe Kramer, K. W.
Fisher, D. J., siehe Nicholas, D. J. D.
Fisher, R. A. Varianzanalyse bei der Bewertung von Analysenverfahren 371

Fiske, C. H., und Subbarow, Y. Bestimmung von Phosphaten 145
Flament, P., siehe Meunier, F.
Flaschenträger, B., Sayed Amin, E., und Jarczyk, H. J. Lockstoffanalysator für Insekten 319
Flaschka, H., siehe Anderegg, G.
Fleps, V., siehe Erdey, L.
Fletcher, A. N. Filterationsapparatur für die organische Analyse 375
Floresnkij, K. P. Apparat zur Mikroanalyse inerter Gase 204
Fodorné, C. P., siehe Czike, K.
de Ford, D. D., siehe Lucchesi, C. A., sowie Miller, J. W.
Fort, R. Bestimmung von Sauerstoff 377
Fournier, R. M. und Person, M. Mikrobestimmung von Chlorpikrin in der Luft 55
Franc, J., und Knížek, J. Bestimmung von ε-Caprolactam mit Kaliumwismutjodid 74
Franěk, F. Polarographische Bestimmung von Methionin 149
Frelek, Z., siehe Waksmundzki, A.
Fries, J., siehe Holasek, A.
Fritz, J. S., und Hammond, G. S. Quantitative Organic Analysis 276 [L]
Fritz, J. S., und Yamamura, S. S. Maßanalytische Bestimmung organischer Säuren 48
Frömel, W. Nachprüfung der Gehalte an den Vitaminen A und D 141
Fuchs, O. Physikalische Chemie als Einführung in die chemische Technik 298 [L]

Gabrielson, G., und Andersson, B. Bestimmung von Nitrat oder Chlorid in Natriumhydroxydlösungen 313
Gad, G., und Hoppe, W. Bestimmung von Mangan in Wässern 57
Gage, J. C. Potentiometrische Titration von schwachen Säuren und Basen in verdünnter wäßriger Lösung 195
Gailey, W. R. Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Galachova, V. N. Bestimmbarkeit des Siliciums als Silicovanadatmolybdatkomplex in Gegenwart anderer Stoffe 443
Gálvez Morales, N., und Soto Rodríguez, E. Schnelle Stickstoffbestimmung in organischem Material 205
Gamson, R. M., siehe Hanker, J. S.
Gardiner, K. W. und Rogers, L. B. Polarographische Technik 197
Gardner, D. F., siehe Smith, F. A.
Gasparič, J., Večeřa, M., und Jureček, M. Identifizierung organischer Sulfide 287. — Siehe auch Jureček, M., sowie Večeřa, M.
Gautier, J.-A., und Renault, J. Analyse von Alkoxysulfonaten 76
Géczy, K., siehe Bene, E.
Geerling, H., siehe Campen, W. A. C.
Gegus, E., siehe Erdey, L.
Geilmann, W., und Tölg, G. Eisenbestimmung im Glas 313
Gein, L. G. (Hein) Bestimmung von Mangan in hochlegierten Stählen und Duraluminium 305
Gerhardt, P. B., und Hartmann, E. R. Calcium- und Zinkadditive in Schmierölen und Konzentraten 215
Gericke, S., und Kurmies, D. Bestimmung von Phosphorsäure nach dem Vanadat-Molybdatverfahren 137
Germain, J.-E., Montreuil, J., und Koukos, P. Quantitative Bestimmung von Benzolcarbonsäuren 459
Gettkandt, G. Flammenphotometrische Bestimmung von Calcium in Pflanzenaschen 209
Ghe, A. M., siehe Venturello, G.
Giarnieri, D. Colorimetrische Bestimmung des Gesamtcholesterins im Blut 154
Gilpin, J. A., und McLafferty, F. W. Massenspektrometrische Analyse aliphatischer Aldehyde 47
Gladyševskaja, K. A., siehe Pšenicyn N. K.
Glavind, J., und Hartmann, S. Bestimmung von Lipoperoxyden 206. — Bestimmung von Phospholipoiden und anderen Lipoperoxyden 206
Gnauer, H., siehe Woidich, H.
Godbert, A. L., siehe Belcher, R.
Goldberg, C. A. J. Trennung und Isolierung von menschlichen Hämoglobinen 156
Golubcova, R. B. Nachweis von Aluminium in einigen Legierungen 302. — Siehe auch Kuznecov, V. I.
Gorbach, G., und Kögler, H. Bestimmung von Nicotin in Tabak 223
Gotô, H., und Ikeda, S. Polarographische Bestimmung von Arsen in Blei 64
Gotô, H., Ikeda, S., und Watanabe, S. Bestimmung von Zinn und Antimon in Eisen und Stahl 69
Gotô, H., und Kakita, Y. Bestimmung von Blei als Bleidioxyd in Eisen und Stahl 70

Gotô, H., und Takeyama, S. Bestimmung geringer Mengen Calcium, Magnesium und Aluminium in Titan 64
Goto, T., siehe Nakanishi, K.
Gráf, L., siehe Tóth, J.
Gras, W. D., siehe Wittmoser, A.
Grassmann, W., Endres, H., Pauckner, W., und Mathes, H. Trennung der Aglucone in Gerbstoffen 77
Greenberg, P. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Wolframgehalte in Tantal, Titan und Zirkonuim 66
Grieg, A. Fluorescenztechnik zur Bestimmung von Barbituraten 399
Griffith, J. C. Quantitative Bestimmung von nichtionischen Netzmitteln 77
Grimes, M. D., siehe Nelson, K. H.
Gross, D. Hochspannungspapierelektrophorese von nichtflüchtigen organischen Säuren 453
Grote, W., und Krekeler, H. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 284
Groulade, J. Apparat zur Elektrophorese 236
Groves, K., siehe Legault, R. R.
Grünberger, D., siehe Horáček, J.
Grunbaum, B. W., siehe Kirsten, W. J.
Guagnini, O. A., und Vonesch, E. E. Nachweis von Ameisensäureestern 50
Guntz, A. A., und Arène, M. Apparatur zum Abdestillieren von Kieselfluorwasserstoffsäure 127
Gupta, T. Ch., und Bhattacharya, A. K. Quantitative Precipitation Studies in the Aqueous Non-Aqueous Media. — Estimation of Barium Sulphate 321 [Or]
Sen Gupta, J. G., siehe Majumdar, A. K.
Gutman, A. B., siehe Weissmann, B.
Gyenes, I. Bestimmung von Hydrochloriden tert. Amine neben Hydrochloriden unacetylierbarer Amine 47. — Bestimmung von Phenolen und Carbonsäuren 294

Hachenberg, H., siehe Horn, O.
Hack, W., siehe Schreier, K.
Häussler, A. Colorimetrische Mikrobestimmung von Alkaloiden und alkaloidähnlichen Arzneistoffen 235
Hagedorn, H., siehe Piper, E.
Hahn, F. L., und Luckhaus, R. Bestimmung von Phosphat 447
Hahofer, E., und Hecht, F. Extraktionsverfahren zur Bestimmung von Uran 397
Haider, S. Z., und Khundkar, M. H. Jodometrische Kupfer- und Zinkbestimmung nebeneinander 436
Halder, G., siehe Pschyrembel, W.
Hale, C. H., siehe Bird, W. L.
Hammond, G. S., siehe Fritz, J. S.
Hamner, W. F., siehe Daues, G. W.
Hanes, C. S., und Isherwood, F. A. Trennung von Glykolysezwischenprodukten 145
Hanker, J. S., Gamson, R. M., und Klapper, H. Fluorimetrische Bestimmung von freiem Cyanwasserstoff in Äthyldimethylphosphoramidocyanid 76
Hargrave, K. R., siehe Barnard, D.
Harris, F. J., siehe Raistrick, B.
Harrison, J., und Wrigth, S. E. Papierchromatographische Bestimmung von Herzglykosiden und deren Derivaten 232
Harrison, J. S., siehe Trevelyan, W. E.
Hartmann, E. R., siehe Gerhardt, P. B.
Hartmann, S., siehe Glavind, J.
Harvey, D., und Penketh, G. E. Bestimmung von o-Phenylphenol 221
Hashmi, M. H. Bestimmung von halogenierten Säuren auf Papierchromatogrammen 455
Hashmi, M. H., und Cullis, C. F. Bestimmung von halogenierten Säuren 455
Hatt, H. H., Pearcey, T., und Szumer, A. Z. Anti-Composition Tables for Carbon Compounds 277 [L]
v. d. Have, A. J., und Mulder, H. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium, Kalium und Calcium in Milch und Käse 137
Havíř, J., siehe Vřešťál, J.
Heber, U. Über eine neue Methode zur quantitativen Stoffbestimmung direkt am Papierchromatogramm, insbesondere zur Analyse von Aminosäure- und Zuckergemischen 409 [Or]
Hecht, F., Korkisch, J., Patzak, R., und Thiard, A. Bestimmung von Uran durch Extraktion 29, 397
Hecht, F., und Zacherl, M. K. Handbuch der mikrochemischen Methoden 46 [L]. — Siehe auch Hahofer, E., sowie Korkisch, J.
Hein, H. Nephelometrische Bestimmung von Nitrofurazon 400

Hein, L. G., siehe Gein, L. G.
Heinrich, B. J., siehe Nelson, K. H.
Hellendoorn, A. S., siehe de Ligny, C. L.
Hems, R., siehe Eggleston, L. V., sowie Krebs, H. A.
Henly, A. A. Bestimmung von Cholesterin im Serum 79
Herling, F., siehe Jones, R. N.
Heřmanský, M., siehe Hoffman, J.
Hernández-Gutérrez, F. Bestimmung für Diphenylthiohamstoff 52
Hershberg, E. B., und Southworth, L. Bestimmung von Stickstoff 376
Hesp, W., und Czermann, J. Bestimmung der sauren Bestandteile in hydrierten Teerdestillaten 213
Heyne, G. Bestimmung kleiner Mengen Wolfram, mit Hydrochinon 67
Hibbs, L. E., siehe Wilkins, D. H.
Higgons, D. J., und Stephenson, W. H. Analyse von technischem „Chlorbenside" und „Fluorbenside" 220
Hildebrecht, Ch. D. Colorimetrische Bestimmung von Chloroform in Tetrachlorkohlenstoff 207
Hill, U. T. Bestimmung von Silicium in Stahl 390
Hirs, C. H. W., Moore, S., und Stein, W. H. Trennung von Aminosäuren an Ionenaustauschern 149
Hivon, K. J., und Quackenbush, F. W. Bestimmung der Gesamttocopherole im Maisöl 142
Hörhammer, L., und Wagner, H. Untersuchung von Flavonglykosiden durch Gegenstromverteilung 234
Hoffman, D. E., siehe White, Ch. E.
Hoffman, J., Heřmanský, M., Paříz-ková, H., und Doskočil, J. Isolierung von Streptomycin aus Kulturflüssigkeiten 230
Holasek, A., und Fries, J. Papierchromatographische Trennung höherer Fettsäuren und ihrer Glyceride 48
Holiday, E. R., und Johnson, E. A. Bestimmung von Purinen und Pyrimidinen 317
Holleman-Richter, Lehrbuch der organischen Chemie 274 [L]
Hollingworth, R. P. Spektrophotometrische Bestimmungsmethode von Fluor in Gesteinen 311
Holmes, D. G. Photometrische Bestimmung von Spuren Eisen in Wismut 65
Holzer, H. Bestimmung des Blutgehaltes von Leberproben 157
Holzer, H., Sedlmayer, G., und Kiese M. Bestimmung des Blutgehaltes von Leberproben 156
Honegger, C. G. Elutionsvorrichtung für Papierchromatographie und Papierionophorese 45
Honig, J. M., siehe Czanderna, A. W.
Hope, R. P. Colorimetrische Bestimmung von Molybdän in Scheeliterzen und Konzentraten 310
Hoppe, T., siehe Bock, R.
Hoppe, W., siehe Gad, G.
Horáček, J., und Grünberger, D. Rasche Bestimmung von Kohlenstoff-14 in organischem Material 375
Horn, O., Schwenk, U., und Hachenberg, H. Anwendung in der Gaschromatographie 194
Horowitz, R. M., und Atkinson, L. F. Papierstreifen-Halter für die Absorptionsspektroskopie 373
Houdremont, E., Klinger, P., und Blaschczyk, G. Elektrolytische Bestimmung von Eisencarbid im Stahl 389
Hsü Chang siehe Tiao-Hsü Chang
Hume, D. N., siehe Marple, T. L.
Hummel, R. W. Radiochemische Bestimmung von Gold in Seewasser 56
Hunt, P. D., siehe Radell, J.
Huré, J., siehe Coursier, J.

Ibarra, A., siehe Valenciano, O. A.
Ikeda, S., siehe Gotô, H.
Isherwood, F. A., siehe Hanes, C. S.
Ishii, S. Bestimmung basischer Aminosäuren mit Carbonsäureaustauschern 149
Itano, H. A. Bestimmung von Hämoglobin 156
Ivanova, I. I., siehe Moldavskij, B. L.
Ivanova, T. A., siehe Pisarev, V. D.
Ivanova, Z. I., und Kovalenko, P. N. Anwendung der Zinkphosphatelektrode in der potentiometrischen Analyse 196
Iwantscheff, G. Überblick über die Dithizonverfahren 201
Iwasaki, I., Katsura, T., Yoshida, M., und Tarutani, T. Schnellanalyse von Magnetit und Ilmenit 72

Jäger, W., siehe Krächter, H.
Jakovleva, Je. A., siehe Šatenštejn, A. I.
Jáky, M. Papierchromatographische Trennung von natürlichen Fettsäuren 135
James, A. T., und Martin, A. J. P. Gas-Flüssig-Verteilungschromatographie 194

Janák, J. Gaschromatographische Technik 194
Janák, J., und Tesařík, K. Technik der Gaschromatographie 380
Jančik, F., Buděšínský, B., und Činková, O. Bestimmung von 6-Mercaptopurin 399
Jančik, F., Kraus, E., Buděšínský, B., und Činková, O. Bestimmung von 4-Butyl-1,2-diphenylpyrazolidin-3,5-dion 399. — Siehe auch Buděšínský, B.
Jára, V., siehe Procházková, V.
Jarabin, Z., siehe Szarvas, P.
Jarczyk, H. J., siehe Flaschenträger, B.
Jaunzems, V. R., siehe Možeiko, L. N.
Jeník, J. Bestimmung von Antimon in organischen Substanzen 282. —Siehe auch Jurečeк, M.
Jesse, H., siehe Luther, H.
Jewsbury, A., und Osborn, G. H. Bestimmung von Thorium mit Benzoesäure 396
Ježková, D., siehe Ryba, O.
Jindra, A., und Böswart, J. Trennung von Morphin von anderen Alkaloiden 237. — Siehe auch Böswart, J.
Johnson, E. A., siehe Holiday, E. R.
Johnston, E. W., und Nash, L. K. Empfindliche Mikrowaage 204
Johnston, W. D., siehe Charles, R. G.
Jones, A. H. Spektrophotometrische Bestimmung von Bor in Hochtemperaturlegierungen mit der Chinalizarinmethode 69
Jones, L. R., und Riddick, J. A. Colorimetrische Bestimmung von 1,2-Propandiol 286
Jones, R. N., Ramsay, D. A., Herling, F., und Dobriner, K. Infrarotanalyse von α-Halogencyclopentanonen 460
Jordan, Ch. B. Volumetrische Schnellbestimmung von Hydrochinon mit Eisen(III)-chloridlösung 457
Josepovits, G. Elektrolysenapparatur für polarographische Reihenuntersuchungen 198
Joshi, M. J. Direkte Titration von Thiocyanat 443
Jovtscheff, A., siehe Rankoff, G.
Jung, Z. Photometrische Bestimmung von Reserpin auf Grund der Färbung mit Xanthydrol 239
Jungreis, E., siehe Feigl, F.
Jurečeк, M., und Jeník, J. Bestimmung von Phosphor 282
Jurečeк, M., Večeřa, M., und Gasparič, J. Bestimmung organischer Sulfide 287. — Siehe auch Gasparič, J., sowie Večeřa, M.

Kahn, B., Smith, D. K., und Straub, C. P. Bestimmung niedriger Konzentrationen von radioaktivem Caesium in Wasser 381
Kainz, G., und Resch, A. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 284
Kajanne, P. Colorimetrische Bestimmung von Phosphorsäure mit Molybdat 446
Kakáč, B., siehe Körbl, J.
Kakita, Y., siehe Gotô, H.
Kalašnikov, S. J., und Kičin, N. P. Farbdefektoskopie bei Stählen 72
Kambara, T. Abtrennung des „carrier"-freien Rutheniums von anderen Spaltprodukten 130
Kanig, K. Bestimmung von Kreatin im Harn mit der Diacetylreaktion 150
Kapétanidis, I., siehe Wenger, P.-E.
Karceva, V. D., siehe Bruns, B. P.
Katsura, T., siehe Iwasaki, I.
Katz, J., Abraham, S., und Baker, N. Bestimmung von Kohlenstoff in biologischem Material 143
Kaufmann, H. P., und Nitsch, W. H. Chromatographische Trennung von Fettsäuren und Anfärben 49, 135, 435
Kaufmann, H. P., und Skiba, K.-J. Bestimmungsverfahren von Fettsäureamiden 50
Kauko, Y., und Döger, S. Bestimmung kleiner Mengen Ammoniak in Gasgemischen 379
Kay, E. R. M., Simmons, N. S., und Dounce, A. L. Präparieren von Desoxyribonucleinsäure 316
Keen, R. T. Bestimmung des Oxetanringes 50
Kepner, R. E., Webb, A. D., King, R. L., und Bond, A. D. Nachweis von Carbonsäuren 452
Kern, A., und Stransky, E. Bestimmung von Harnsäure in Plasma und Serum 158
Kéthelyi, J., siehe Schulek, E.
Kevei, E., siehe Spanyár, P.
Khalifa, H. Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium Potentiometric Estimation of Thorium 401 [Or]. — Fast Grey RA als Indicator bei ÄDTA-Titrationen 370
Khalifa, H., Patzak, R., und Doppler, G. Potentiometrische Titration von Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) im pH-Bereich von 8—12 264 [Or]

Khalifa, H., Zaki, M. R., und Farag, A. Fast Grey RA als Indicator 370
Khundkar, M. H., siehe Haider, S. Z.
Kičin, N. P., siehe Kalašnikov, S. J.
Kick, H., und Bucher, R. Flammenphotometrische Bestimmung von Magnesium in Pflanzenaschen und Böden 209
Kies, H. L., und van Weezel, G. J. Eine coulometrische Methode zur Bestimmung von Thioharnstoff 348 [Or]
Kiese, M., siehe Holzer, H.
Kincannon, C. B., und Baker, M. O. Leistungsfähige Destillationsapparatur 374
King, H. K., siehe Ekladius, L.
King, L. C., und Fefer, M. Kinetische Analyse von Gemischen von D, L- und meso-Dibrombernsteinsäure 51
King, R. L., siehe Kepner, R. E.
Kinnunen, J., und Wennerstrand, B. Zinnbestimmung in kupferhaltigen Legierungen 302
Kinoshita, Y., Moriyama, S., und Shimizu, T. Elektrophoretische Analyse von Drogen und Chemikalien 224
Király, D., siehe Szabó, Z.
Kirsten, W. J. Mikrobestimmung von Stickstoff nach Dumas 377
Kirsten, W. J., und Grunbaum, B. W. Bestimmung von Stickstoff 377
Kiszel, M., siehe Spanyár, P.
Klapper, H., siehe Hanker, J. S.
Kleinert, T. N., und Wincor, W. Jodatlösung bei der Bestimmung von Sauerstoff in Wässern 382. — Bestimmung des Gesamtsauerstoffverbrauchs von Wässern 382
Klensch, H. Einführung in die biologische Registriertechnik 316 [L]
Klimke, R., und Blass, K. Charakterisierung der Herkunft und Qualität von Braunkohlenteeren 212
Klimova, V. A., und Bereznickaja, Je. G. Gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff, Silicium und Schwefel in schwefelhaltigen siliciumorganischen Verbindungen 281
Klimova, V. A., Koršun, M. O., und Berenznickaja, Je. G. Analyse von Siliconen 281
Klinger, P., siehe Houdremont, E.
Knížek, J., siehe Franc, J.
Koch, J. Beurteilung der Süßmoste in der Lebensmittelkontrolle 133
Koch, J., und Schiffner, G. Potentiometrische Titration der freien Säuren in Fruchtsäften und Weinen 461
Kocsis, E., siehe Erdey, L.
Kögler, H., siehe Gorbach, G.
König, R. Anorganische Pigmente und Röntgenstrahlen 298 [L]
Körbl, J. Kohlenstoff- und Wasserstoffbestimmung 278
Körbl, J., und Kakáč, B. Methylthymolblau als Metallindicator 368
Körbl, J., Kraus, E., und Přibil, R. Glycinthymolblau als Metallindicator 369
Körbl, J., und Přibil, R. Neue Analoga des o-Kresolphthaleinkomplexons 369
Körbl, J., und Vydra, F. Der Metallindicator „Fluoresceinkomplexon" 200
Kőrös, E., siehe Schulek, E.
Koike, N. Nachweis wasserlöslicher jodhaltiger Kontrastmittel durch Papierchromatographie 225
Kojima, M. Colorimetrische Bestimmung von Zinn in Nichteisenmetallen 58. — Bestimmung von Aluminium und Kupfer in Zinkspritzgußlegierungen 384
Kokes, K., siehe Pohl, F. A.
Koljubjakina, A. I., siehe Turkel'taub, N. M.
Kondrašina, A. I., siehe Solodovnik, S. M.
Koppe, R. K., siehe Adams, D. F.
Korenman, I. M., und Šejanova, F. R. Extraktion von Metallverbindungen organischer Säuren 201
Korenman, I. M., Šejanova, F. R., und Roščina, R. V. Farbreaktionen von Indium 443
Kořínek, J., siehe Smetana, R.
Korkisch, J., Farag, A., und Hecht, F. Eine neue Methode zur Bestimmung des Urans in Phosphaten, Kohlenaschen, Bauxiten usw. mittels Ionenaustausches 92 [Or]
Korkisch, J., Zaky, M. R., und Hecht, F. Bestimmung von Mikrogrammengen Uran in Mineralien 396. — Siehe auch Hecht, F.
Korobickaja, A. A., siehe Bruns, B. P.
Korpačev, V. A. Bestimmung von Sauerstoff in Blut 79
Koršun, M. O., siehe Klimova, V. A.
Kostarev, G. B., siehe Smirnov-Averin, A. P.
Kotrlý, S., siehe Vřešťál, J.
Kotyk, M., Magor, J. K., und Davis, H. M. Bestimmung des von Metallen eingeschlossenen Wasserstoffs 301
Koukos, P., siehe Germain, J.-E.
Kountz, W. B., siehe Ackermann, P. G.

Kováč, J. Wasserbestimmung nach dem Karl Fischer-Verfahren 373
Kovalenko, P. N., siehe Ivanova, Z. I.
Kráčmar, J., und Stejskal, Z. Bestimmung von Derivaten der Xanthen-9-carbonsäure 228
Krächter, H., und Jäger, W. Röntgen-Fluorescenz-Spektralanalyse von Eisen und Stahl 388
Kramer, K. W., und Fischer, R. B. Herstellung des elektronischen Coulometers 196
Krampitz, G., siehe Albers-Meyer, W.
Kranz, S. Analytische Chemie. Band II. Gewichtsanalyse einschließlich einiger wichtiger Vollanalysen 193 [L]
Krasnovskaja, N. N., siehe Novoselova, A. B.
Kraus, E., siehe Buděšínský, B.; sowie Jančik, F., und Körbl, J.
Kraus, K. A., und Nelson, F. Bestimmung von Uran und Thorium in Wismutlegierungen 387
Krebs, H. A., und Hems, R. Bestimmung der Nucleotide 145
Kreis, K., siehe Fauconnet, L.
Krejčí, V., siehe Čelechovský, J.
Krejzová, E., Simon, V., und Zýka, J. Bestimmung von Aziden, Halogenen und Sulfat durch Fällungsaustauschreaktionen 445
Krekeler, H., siehe Grote, W.
Krell, M. W., siehe Whetsel, K.
Krivoručko, F. D. Photometrische Bestimmung von Dämpfen in der Luft 299
Krjučkova, G. N., siehe Finkelštein, D. N.
Krochta, W. G., und Mellon, M. G. Indirekte photometrische Bestimmung von Caesium 435
Krönert, W. Nachweis von E 605 in Organextrakten 147
Krot, N. N., siehe Smirnov-Averin, A. P.
Krouskop, N. C. Aufnahmeapparat und Verschlußklappe der Destillationskolonnen 374
Krupski, E., siehe Vincent, M. C.
Krynskaja, N. B. Bestimmung des freien und gebundenen Novocains im Harn 148
Kucharský, J. Photometrische Bestimmung von Rutin 235
Kurmies, D., siehe Gericke, S.
Kurtenacker, A. Verbrennungskatalysatoren in der Elementaranalyse 281
Kuziatina, N. S. Bestimmung von Quecksilber in der Luft 378
Kuznecov, V. I., und Golubcova, R. B. Arsenazo als Reagens 302

Lacroix, Y., und Bugat, N. Genauigkeit der Stickstoffbestimmung nach Devarda in Nitrocellulosen 217
Ladenbauer, I.-M., siehe Tomic, E.
Ladenburg, A. Bestimmung des Sauerstoffverbrauches von Wässern 382
Lange, B. Kolorimetrische Analyse 42 [L]
Larumbe, F. H. Bestimmung von Eisen und Wolfram 130
Laske, P. Bestimmung von Phosphorsäure in Getreide 137
Latinák, J., und Skalický, L. Papierchromatographisches Verhalten von N-Arylaminonaphthalinsulfonsäuren sowie anderen Verbindungen 293
Lecoq, H. Bestimmung der reduzierenden Bestandteile des Wassers 55
Lederle, P. Bestimmung von Phosphorsäure nach dem Photo-Rex-Verfahren 137
Legault, R. R., und Groves, K. Bestimmung von Sulfoxyden 450
Le Mar, R. L., siehe le Mar, R. L.
Le Moan, G., siehe le Moan, G.
Lemon, H. W. Bestimmung von Vanillin 139
Lerner, M. W., siehe Eberle, A. R.
Letzring, M., siehe Neuhaus, O. W.
Leuthardt, F. Lehrbuch der physiologischen Chemie 315 [L]
Liddell, H. F. Reagens zum Nachweis von Phosgen 75
de Ligny, C. L., Hellendoorn, A. S., Seelen, P. J., und v. Wijngaarden, D. Bestimmung von Zink und Kupfer nebeneinander 436
Lilie, H. Photometrische Aluminiumbestimmung in Kupferlegierungen 59
Lipkin, D., siehe Dixon, J. S.
Littig, M., siehe Brilmayer, C. H.
Littman, F. E., und Marynowski, C. W. Bestimmung von Ozon in der Luft 55
Litvinova, N. F., siehe Turovceva, Z. M.
Ljalikov, Ju. S., siehe Bardin, M. V.
Lloyd-Jones, C. P., siehe Nicholas, D. J. D.
Loftus-Hills, G., und Thiel, C. C. Fällungsreagens für Phospholipoide und Lipoperoxyde 207
Logun, J., siehe Ma, T. S.
Lord, S. S., O'Neill, R. C., und Rogers, L. B. Polarographische Technik 197

Lott, P. F., und Cheng, K. L. Bestimmung von Calcium und Magnesium nebeneinander 437
Louloudes, J. S., siehe Clark, T. J.
Lowe, E. J., siehe Raistrick, B.
Lucchesi, C. A., und de Ford, D. D. Gravimetrische Bestimmung von Bor 440
Lucena-Conde, F., und Prat, L. Colorimetrische und spektralphotometrische Bestimmung von Phosphor, Arsen und Germanium als Molybdänblau 446
Luckhaus, R., siehe Hahn, F. L.
Luke, C. L. Schwefelbestimmung in Nickel 307
Lurje, Ju. Ju., und Minenko, A. N. Arsenbestimmung in Blei 63
Luthardt, K., und Pohloudek-Fabini, R. Mikroanalytische Bestimmung von Weinsäure 240
Luther, H., und Jesse, H. Analyse deutscher Rohöle 214

Ma, T. S., Logun, J., und Mazzella, P. P. Gravimetrische Mikrobestimmung der Carbonylgruppen 451
McBryde, W. A. E., siehe Cluett, M. L.
McCall, E. R., siehe O'Connor, R. T.
McCrea, J. M., siehe Davis, R. E.
MacDonald, A. M. G., siehe Belcher, R.
McDonald, H. J., und Bermes jr., E. W. Trennung der Serumlipoproteide 152
McDonnell, F. R. M., siehe El-Badry, H.
McFarlane, W. D., siehe Parker, W. E.
McGookin, A. Qualitative Organic Analysis and Scientific Method 274 [L]
Macho, L. Sichtbarmachung der Phosphorsäureester auf Papierchromatogrammen als Molybdänblau 449
Machovičová, F. Bestimmung von Reserpin, Reserpinsäure und Yohimbin 239
McKay, E. S., siehe MacNevin, W. M.
McLafferty, F. W., siehe Gilpin, J. A.
McMahon, P. R. Photoelektrische Bestimmung der Medulla in Wolle 220
McNall, L. R., und Eby, L. T. Bestimmung der Ungesättigtheit von Butylkautschuk 74
McNerney, W. N., und Wagner, W. F. Bestimmung von Molybdän in Titanlegierungen durch Fällung mit Thioacetamid 303
MacNevin, W. M., und Crummett, W. B. Abtrennung des Rhodiums von Platinmetallen 132
MacNevin, W. M., und McKay, E. S. Trennung des Rhodiums von Platin, Palladium und Iridium durch Ionenaustausch 132
Magor, J. K., siehe Kotyk, M.
Main, R. K., und Cole, L. J. Chromatographie der Desoxyribonucleinsäuren an Calciumphosphatsäulen 317
Majumdar, A. K., und Sen Gupta, J. G. Estimation of Palladium Part I α-Picolinic Acid as a Reagent 100 [Or]. — Estimation of Palladium Part II Quinaldinic Acid as a Reagent 104 [Or]. — α-Picolinic Acid and Quinaldinic Acid in the Separation and Volumetric Determination of Palladium 179 [Or]. — α-Picolinic Acid and Quinaldinic Acid in the Separation and Complexometric Determination of Palladium 181 [Or]
Majumdar, A. K., und Singh, B. R. Bismuthiol II as an Analytical Reagent. Part X. Estimation of Copper 81 [Or]. — Bismuthiol II as an Analytical Reagent. Part XI. Gravimetric and Volumetric Determination of Cadmium 257 [Or]. — Bismuthiol II as an Analytical Reagent Part XII Estimation of Arsenic, Antimony and Tin 261 [Or]
Malát, M., siehe Ryba, O.
Malissa, H., siehe Schöffmann, E.
Mallik, A. K., siehe Sen Sarma, R. S.
Malloy, H. T., siehe Evelyn, K. A.
Manns, O., siehe Pfeifer, S.
LeMar, R. L., und Bootzin, D. Bestimmung von Harnstoff in flüchtigen Rostschutzmitteln 315
Mareš, V., siehe Blažek, J.
Marion, F., und Faivre, R. Identifizierung der Gefügebestandteilen von Stählen und Gußeisen 388
Marple, T. L., Przybylowicz, E. P., und Hume, D. N. Bestimmung von Cer 386
Martin, A. J. P., und Synge, R. L. M. Gaschromatographische Technik 195. — Siehe auch James, A. T.
Martina, A., siehe Chwalla, A.
Martinčenko, I. U., und Bondarenko, A. M. Photometrische Bestimmung von Bor im Stahl 389
Marynowski, C. W., siehe Littman, F. E.
Maslova, G. B., Suslova, E. A., und Čmutov, K. V. Chromatographische

Trennung von Lithium und Magnesium 116
Mathes, H., siehe Grassmann, W.
Matrka, M., und Ságner, Z. Bestimmung von Anthrachinon 52
Matsumoto, K. Polarographische Bestimmung von Morphin in verschiedenen Lösungen 239
Matvejeva, A. N., siehe Bobrova, M. I.
Mayhew, D. J., siehe Adams, D. F.
Maynert, E. W., und Washburn, E. Bestimmung von Barbituratmischungen 399
Mazur, A. A., siehe Rudnev, N. A.
Mazzella, P. P., siehe Ma, T. S.
Melichar, B. Bestimmung von einzelnen Bestandteilen der Picolinfraktion 53
Mellon, M. G., siehe Krochta, W. G.
Mellor, L. D. Papierelektrophoretische Trennung von Serumproteinen 151
Menges, W., siehe Schmitz, B.
Menke, K. H. Bestimmung von Radioschwefel in biologischem Material 146
Mérida, M., Portillo, R., und Ortega, M. Papierelektrophoretische Bestimmung der Serumproteine 151
Merritt jr., C., siehe Conca, N.
Metropolitan-Vickers. Massenspektrometrische Analyse anorganischer Festsubstanzen 363
Meunier, F., und Flament, P. Bestimmung von Aluminiumnitrid und oxydischen Einschlüssen im Stahl 389
Meyer, E., siehe Meyer, F.
Meyer, F., und Meyer, E. Nachweis geringer Mengen Eugenol, Isoeugenol und Vanillin 227
Michailova, G. V., Turovceva, Z. M., und Chalitov, R. Š. Bestimmung von O, H und N in Molybdän, Wolfram und Niob 301. — Siehe auch Turovceva, Z. M.
Mikhailov, M. K. Untersuchung der Polyphenole in Tabak 223
Miller, J. B., siehe Wolfrom, M. L.
Miller, J. W., und DeFord, D. D. Titration von Olefinen in Anwesenheit von Quecksilber(II)-chlorid mit Brom 284
Milner, G. W. C., und Barnett, G. A. Bestimmung von Uran in Wismutlegierungen 386
Milner, G. W. C., und Edwards, J. W. Bestimmung von Uran und Thorium in binären Wismutlegierungen 387. — Siehe auch Edwards, J. W.
Minenko, A. N., siehe Lurje, Ju. Ju.
Mitra, S. N., und Chatterji, R. K. Nachweis von Invertzucker in Honig 464
Mitra, S. P., und Prakash, D. Untersuchungen zur Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit von Ton- und Glimmermineralien 393
Miyoshi, S., siehe Awaya, H.
Mizoguchi, S. Photometrische Schnellbestimmung von Molybdän in Ferromolybdän 304
Mňouček, K., siehe Buděšínský, B.
Le Moan, G. Bestimmung von Methylalkohol in äthanolhaltigen Fruchtsäften oder aus diesen hergestellten Zubereitungen 134
Moldavskij, B. L., und Ivanova, I. I. Bestimmung von Nitrocyclohexan 297
Monnier, D., siehe Wenger, P.-E.
Montreuil, J., siehe Germain, J.-E.
Moore, S., und Stein, W. H. Trennung von Aminosäuren durch Ionenaustausch 149. — Siehe auch Hirs, C. H. W.
Morales, G. N., siehe Gálvez Morales, N.
Morgan, K. J., siehe Barltrop, J. A.
Morgan, W. T. J., siehe Elson, L. A.
Morita, H. Differentialanalyse von Polyglucosanen 291
Moriyama, S., siehe Kinoshita, Y.
Morozova, N. G. Spektralanalytische Bestimmung von Uran in Erzen und deren Umarbeitungsprodukten 311
Morrison, G. H., siehe Cosgrove, J. F.
Motojima, K., siehe Awaya, H.
Mounib, M. S., und Evans, J. V. Aufbereitung von tierischem Gewebe für die Bestimmung von Kalium und Natrium 143
Mouton, E. J., siehe Boelhouwer, C.
Možeiko, L. N., und Jaunzems, V. R. Halbmikrobestimmung von Cellulose und Pentosanen im Holzstoff 217
Mráz, L., Simon, V., und Zýka, J. Bestimmung von vierwertigem Cer neben Dichromat, Vanadat und anderen oxydierenden Anionen 441
Müller, K., siehe Täufel, K.
Muir, S., und Ambrose, A. D. Schnellbestimmung der bei der Stahlerzeugung anfallenden Schlacken 389
Mulder, G. J., und Aarts, E. M. Nachweis von Fluorid in Calciumphosphat 308
Mulder, H., siehe v. d. Have, A. J.
Murata, T., siehe Shinagawa, M.

Murphy, J. E., siehe Schwemer, W. C.
Muzyčenko, L. A., siehe Portnov, M. A.

Nadkarni, M. N., Varde, M. S., und Athavale, V. T. Trennung des Berylliums von Eisen, Aluminium und Titan durch Ionenaustausch 307
Nakanishi, K., Goto, T., und Ohashi, M. Infrarotspektren von organischen Stickstoffverbindungen 287
Nalimov, V. V. Bewertung von Analysenverfahren 371
Nash, L. K., siehe Johnston, E. W.
Natarajan, R., und Tayal, J. N. Bestimmung von Dihydrostreptomycin und Streptomycin 230
Natelson, S., Scott, M. L., und Beffa, C. Bestimmung von Harnstoff in Rostschutzmitteln 315
Nathan, D. G., und Rodkey, F. L. Colorimetrische Bestimmung von Ammoniak in Blut 78
Neeb, K.-H., siehe Dewald, W.
Neeb, R. Die Ultrarotspektren der Metallanthranilate und ihre analytischen Anwendungen 161 [Or]
Nekrasova, G. A., siehe Pšenicyn, N. K.
Nelson, F., siehe Kraus, K. A.
Nelson, K. H., Grimes, M. D., und Heinrich, B. J. Bestimmung des Gehaltes an n-Paraffinen und n-Olefinen in Erdöldestillaten 215
Nelson, R. A., siehe Pro, M. J.
Neuhaus, O. W., und Letzring, M. Bestimmung von Hexosaminen 456
Ney, E., siehe Weiner, R.
Nicholas, D. J. D., Lloyd-Jones, C. P., und Fisher, D. J. Eisenbestimmung in der „Blattanalyse" 209
Nicholls, J. J., siehe Ellerington, T.
Niederl, J. B., und Sozzi, J. A. Mikronachweis von Kohlenstoff und Stickstoff 376. — Siehe auch Sozzi, J. A.
Nikelly, J. G., und Cooke, W. D. Quantitative Bestimmung von Spuren von Metallkationen 197
Nishida, H. Photometrische Wolframbestimmung in Erzen 396
Nitsch, W. H., siehe Kaufmann, H. P.
Norwitz, G., siehe Codell, M.
Noskov, A. S., siehe Turovceva, Z. M.
Novák, J., siehe Doležal, J.
Novikova, Je. N., siehe Petrova, L. N.
Novoselova, A. B., Simanov, Ju. P., Semenenko, K. H., und Krasorskaja, N. N. Thermowaage 203
Nunez, L. J., Armstrong, W. H., und Cogswell, H. W. Gasverteilungschromatographische Analysen von Kohlenwasserstoffen 449

O'Connor, R. T., DuPré, E. F., und McCall, E. R. Analyse von intakter und geschädigter Cellulose sowie von Cellulosederivaten 216
Ogawa, M., siehe Tanaka, S.
Ohashi, M., siehe Nakanishi, K.
Oita, I. J., und Conway, H. S. Bestimmung von Sauerstoff 377
O'Neill, R. C., siehe Lord, S. S.
Ortega, M., siehe Mérida, M.
Osborn, G. H., siehe Jewsbury, A.
Oščik, J., siehe Waksmundzki, A.

Pacuk, V. V. Schnellbestimmung kleiner Selenmengen 125
Paige, B. E., Elliott, M. C., und Rein, J. E. Absorption des Uran(VI)-Komplexes mit Tributylphosphat 126
Palei, P. N., Sentjurin, I. G., und Skljarenko, I. S. Vereinfachte Thermowaage 203
Palilla, F., siehe Bastian, R.
Panov, G. I., siehe Christanov, V. K.
Pap, É., siehe Szekeres, L.
Parellada-Bellod, R., siehe Capitán-García, F.
Paris, R., und Durand, M. Photometrische Bestimmung von Aloin 228
Pařízková, H., siehe Hoffman, J.
Parker, W. E., und McFarlane, W. D. Bestimmung der Gesamttocopherole in Maisöl 142
Parry, E., siehe Belcher, R.
Pasovskaja, G. B., siehe Toropov, A. P.
Patrovský, V. Photometrische Bestimmung des Rheniums als Rhodanid 129
Patzak, R., siehe Hecht, F., sowie Khalifa, H.
Pauckner, W., siehe Grassmann, W.
Payton, P. L., Cefola, M., und Yanowski, L. K. Mikronachweis des Antibioticums Aureomycin 229
Pearcey, T., siehe Hatt, H. H.
Pearson, N., siehe Brutcher jr., F. V.
Peltzer, J. Papierchromatographische Verfahren der Lebensmittelkontrolle 132
Penketh, G. E., siehe Harvey, D.
Peregud, Je. A., und Bojkina, B. S. Bestimmung von elementarem Fluor in der Luft 379
Peries, P., siehe Devanathan, M. A. V.

Person, M., siehe Fournier, R. M.
Petránek, J., siehe Večeřa, M.
Petrašen, V. I., siehe Belogorskaja, N. V.
Petrikova, M. N., und Alimarin, I. P. Amperometrische Ultramikrotitration 362
Petrova, L. N., und Novikova, Je. N. Bestimmung tertiärer Alkohole durch Dehydratisierung in Anwesenheit von Toluolsulfonsäure 286
Petzold, A., siehe Petzold, W.
Petzold, W., und Petzold, A. Notizen zur Cerimetrie. IV Über die Ursachen der Störung bei der cerimetrischen, durch Ferroin indizierten Eisentitration in Gegenwart von Flußsäure 241 [Or]
Pfeifer, S., und Manns, O. Anwendung von 4-Aminoantipyrin zur colorimetrischen Bestimmung phenolischer OH-Gruppen enthaltender Arzneistoffe 398
Philipson, T. Bestimmung von Bor mit Curcumin 385
Phillips, J. P., und Deye, J. F. Infrarotspektren von Oxinverbindungen 365
Phillips, J. P., Emery, J. F., und Price, H. P. Gravimetrische Thoriumbestimmung 365
Piatti, L., siehe Brühlmann, R.
Picciotto, E., und Wilgain, S. Bestimmung von Thorium 444
Piper, E., und Hagedorn, H. Colorimetrische Verfahren zur Bestimmung von Phosphor, Wolfram, Silicium, Nickel und Bor in Stählen 70
Pisarev, V. D., und Ivanova, T. A. Auslöschen der Cyanbanden bei der Spektralanalyse von Lösungen 43
Platzer, R., siehe Coursier, J.
Pleticha, R., und Štefan, V. Polarographische Bestimmung von Ammoniak und flüchtigen aliphatischen Aminen 138
Pohl, F. W., und Bonsels, W. Die polarographische Bestimmung von Verunreinigungen in reinstem Indium 108 [Or]
Pohl, F. A., und Kokes, K. Mikromaßanalytische und polarographische Bestimmung von Thalliumspuren in verschiedenen Metallen und deren Verbindungen sowie in biologischen Materialien 61
Pohloudek-Fabini, R., und Beyrich, T. Papierchromatographie der Xanthogenate von Alkoholen 449. — Siehe auch Luthardt, K.
Pointeau, R., siehe Bonastre, J.
Pokrovskij, V. A. Nachweis von Äthylenoxyd 290
Poljak, L. Ja. Komplexometrische Bestimmung von Barium in Bariumsalzlösungen und Nickellegierungen 305
Pollak, M., siehe Tomic, E.
Ponomarev, A. I., und Šeskolskaja, A. Ja. Bestimmung von Niob neben großen Titanmengen 303
Popoff, A., siehe Rankoff, G.
Popov, V. V., und Sobčuk, B. A. Photometrische Hämoglobinbestimmung 79
Porath, J., siehe Usdin, E.
Portillo, R., siehe Mérida, M.
Portnov, M. A., und Muzyčenko, L. A. Feststellung des Gehaltes von p-Nitrochlorbenzol in o-Nitrochlorbenzol 208
Portnov, M. A., und Tomilov, B. I. Potentiometrische Bestimmung von 3-Nitrotoluol in 2-Nitrotoluol 209
Prakash, D., siehe Mitra, S. P.
Prat, L., siehe Lucena-Conde, F.
Du Pré, E. F., siehe O'Connor, R. T.
Premaswarup, D., und Barrow, R. F., Rotationsanalytische Untersuchung von Tantaloxyd 125
Přibil, R., siehe Körbl, J.
Price, H. P., siehe Phillips, J. P.
Pridham, J. B. Bestimmung von phenolischen Glykosiden und Aglykonen 234
Pro, M. J., und Nelson, R. A. Bestimmung von Cer in Whisky 463
Procházková, V., und Jára, V. Spektrographische Bestimmung der Verunreinigungen in Wolframsäure 251 [Or]
Procter, D. P., siehe Trevelyan, W. E.
Przybylowicz, E. P., siehe Marple, T. L.
Pschyrembel, W., und Halder, G. Bestimmung der oestrogenen Hormone 155
Pšenicyn, N. K., Gladyševskaja, K. A., und Rjachova, L. M. Trennung von Kupfer, Nickel, Eisen, Blei von Platin, Palladium, Rhodium und Iridium 117
Pšenicyn, N. K., und Nekrasova, G. A. Bestimmung von Palladium neben anderen Metallen 131
Pungor, E., und Zapp, E. É. Flammenphotometrische Bestimmung von Barium 438

Quack, R. Energieversorgung von Chemiebetrieben 298 [L]
Quackenbush, F. W., siehe Hivon, K. J.

Raaflaub, J., und Abelin, I. Bestimmung von Kreatin im Harn 151
Radell, J., und Hunt, P. D. Apparatur zur Entfärbung von Lösungen beim Chromatographieren 194
Radmacher, W., und Schmitz, W. Photometrische Bestimmung von Silicium, Aluminium, Eisen, Titan und Phosphor nebeneinander in Brennstoffaschen 210
Raemaekers, R. Bestimmung verschiedener Phosphate 314
Rafailoff, R., siehe Bobtelsky, M.
Rafols Rovira, J. M. Spektrophotometrische Bestimmung von Kupferspuren in Kochsalz 138
Rahman, A. A. A. Papierchromatographische Trennung der Opiumalkaloide 238. — Papierchromatographische Erfassung der Inhaltstoffe von Opiumtinkturen, Pantopon- und Spasmalgin-Ampullen 238
Raistrick, B., Harris, F. J., und Lowe E. J. Bestimmung von kondensierten Phosphaten 314
Ramaiah, N. A., und Vishnu, Titration von Calcium mit ÄDTA 437
Ramsay, D. A., siehe Jones, R. N.
Ramsay, W. N. M. Photometrische Bestimmung von Eisen in Plasma oder Serum 144. — Bestimmung der Eisenbindungsfähigkeit des Serums 144
Rankoff, G., Popoff, A., und Jovtscheff, A. Bestimmung von Methylalkohol in Äthylalkohol und Branntweinen 135
Rao, G. Gopala, siehe Rao, V. Panduranga
Rao, V. Panduranga und Rao, G. Gopala. A Fluorescence Test for Vanadium(V) with Resorcinol 406 [Or]
Rapaport, L. I. Jodchlorometrische Bestimmung von Barbitursäurederivaten 226
Rappaport, F., Reifer, I., und Weinmann, H. Bestimmung von Zuckern in Wein 463
Razumova, V. P. Nachweis von Cadmium mit p-Nitrophenyldiazoaminoazobenzol 439
Reddaway, R. J. B. Bestimmung von vicinalen Glykolen 289
Reed, R. H., siehe Stagg, H. E.
Reichel, E. Elektrolytische Galliumbestimmung 442
Reifer, I., siehe Rappaport, F.
Reilley, C. N., und Sheldon, M. V. Selektive chelatometrische Titration von Metallionen mit Triäthylentetramin 372
Rein, J. E., siehe Paige, B. E.
Relyveld, P. Nachweis von Barbitalen 226
Renault, J., siehe Gautier, J.-A.
Renzetti, N. A. Automatisches Spektrometer zur Bestimmung von Ozon in der Atmosphäre 54
Reppe, W. Polyvinylpyrrolidon 299 [L]
Resch, A., siehe Kainz, G.
Riddick, J. A., und Toops jr., E. E. Organic Solvents. Physical Properties and Methods of Purification 278 [L]. — Siehe auch Jones, L. R.
Ringbom, A., Siitonen, S., und Saxén, B. Reaktion zwischen Eisen(III)-äthylendiamintetraacetat und Wasserstoffperoxyd zur Bestimmung von Eisen 130
Ritter, H. L., siehe Simons, J. H.
Rjabčikov, D. I., und Beljajeva, V. K. Untersuchung der Zusammensetzung von Verbindungen des Thoriums mit Aminopolycarbonsäuren 122
Rjachova, L. M., siehe Pšenicyn, N. K.
Roan, C. C., siehe Clark, T. J.
Roberson, W. E., siehe Whetsel, K.
Robillard, A., und Calais, D. Nachweismethode von Wasserstoff in Uran 67
Robinson, F. A., Wright, M. E., und Whittingham, J. R. Bestimmung von Chloramphenicolcinnamat 227
Robinson, J. W., und West, Ph. W. Mikronachweis von Phosphationen 446
Rodkey, F. L., siehe Nathan, D. G.
Rodríguez, S. E., siehe Gálvez Morales, N.
Rogers, L. B., siehe Gardiner, K.W.; sowie Lord, S. S.
Ronzio, A. R. Analytische Bestimmung von Formaldehyd und Glyoxylsäure 288
Roščina, R. V., siehe Korenman, I. M.
Rosenlund, B. Bestimmung von Glucosamin 153
Ross, D. A., und Speakman, J. B. Gravimetrische Bestimmung der Medulla in Wolle 220
Roubal, J., und Zdražil, J. Polarographische Bestimmung von m-Dinitrobenzol in Mischung mit 1-Chlor-2,4-Dinitrobenzol 292

Roughton, F. J. W., siehe Scholander, P. F.
Roux, A. Trennung von Hydrastis-Alkaloiden und Reinheitsprüfung von Hydrastin 236
Rudnev, N. A., und Mazur, A. A. Mitfällung von Kationen mit Sulfiden 371
Rudoi, B. Z., siehe Belogorskaja, N. V.
Ruf, E. Photometrische Bestimmung von Phosphor- und Kieselsäure aus einer Lösung II. Mitteilung 1 [Or]
Rusanov, A. K., siehe Solodovnik, S. M.
Ružička, E. Resazurinäthyläther und Resorufinäthyläther als Redoxindicatoren in der Stannometrie 368. — Mikrobestimmung von 2-Aminothiophenol und Nachweis verschiedener SH-Verbindungen mit Äthoxyresazurin und Äthoxyresorufin 293
Ryba, O., Cífka, J., Ježková, D., Malát, M., und Suk, V. Komplexe von Brenzcatechinviolett mit drei- und vierwertigen Metallen 199
Ryvolová, A. Polarographische und und oscillographische Unterscheidung von Estern der Phthalsäuren 296

Ságner, Z., siehe Matrka, M.
Sahota, S. S., siehe Singh, B.
Sakihama, A. Mikrobestimmung von Schwefel in Stahl und Eisen 391
Salaria, G. B. S. Schema der quantitativen Analyse mit Thiosalzen 372
Sallmann, R., siehe Anderegg, G.
Sánchez-Pedreño, M. C., siehe Sierra, F.
Sanders, W. F., und Cramer, C. H. Photometrische Siliciumbestimmung im Stahl 390
Sandler, S., siehe Zahnd, H.
Šantavý, F., siehe Těžupilová-Krstýnová, O.
Sarkisjan, R., siehe Adibek-Melikjan A. I.
Sarma, D. V. N., siehe Suryanarayana Murthy, T.
Sarver, L. A., und Brinton, P. H. M.-P. Bestimmung von Thorium und Seltenen Erden 396
Šatenštejn, A. I., Jakovleva, Je. A., Suzdalceva, S. F., und Antipova, N. P. Isotopenanalyse des Wassers 300
Šatenštejn, A. I., und Varšavskij, Ja. M. Isotopenanalyse des Wassers 300
Sauvenier, Gh., und Duyckaerts, G. Bestimmung von Germanium in Mineralien und Konzentraten 395
Savickaja, Je. M., siehe Bruns, B. P.
Sax, K. J., und Stross, F. H. Squalan als Standard 368
Saxén, B., siehe Ringbom, A.
Saxena, R. S. Reaktion zwischen Quecksilber(I) und Kaliumhexacyanoferrat(III) 120
Sayed Amin, E., siehe Flaschenträger, B.
Scaife, J. F. Jodometrische Kupferbestimmung in Anwesenheit von Citrat 435
Schäfer, W. Chemie in Theorie und Praxis 434 [L]
Schall, E. D. Volumetrische Kaliumbestimmung mit Natriumtetraphenyloborat 434
Scharrnbeck, C. Bestimmung von Borspuren in siliciumreichen Aluminiumlegierungen 61
Scheirer jr., G. L., siehe Simons, J. H.
Schiemann, R. Gasanalytische Bestimmung der Respirationsgase von Tieren 319
Schierbaum, F. Feuchtigkeitsbestimmung durch Infrarotverfahren in der Lebensmittelanalytik 133
Schiffner, G., siehe Koch, J.
Schillerová, V., und Zýka, J. Polarometrische Titrationen organischer Basen mit Lösungen komplexer Metallverbindungen 225
Schilt, A. A., und Smith, G. F. Substituierte 2,2′-Dipyridine zur Bestimmung von Eisen(II) und Kupfer (I) 199
Schinkel, H., siehe Schuhknecht, W.
Schmid, L., siehe Woidich, H.
Schmidt, F. J. Schnellbestimmung des ferromagnetischen Metallgehaltes in teilweise reduzierten Metalloxyden 312
Schmidt, H., siehe Dewald, W.
Schmitz, B., und Menges, W. Bestimmung von Alkaloiden in Tinkturen und homöopathischen Präparaten mit Tropäolin 00 236
Schmitz, W., siehe Radmacher, W.
Schöffmann, E., und Malissa, H. Spektrophotometrische Bestimmung kleiner Titanmengen in Eisenlegierungen und Erzen 390
Schönfeld, T., und Broda, E. Anwendung der Radioaktivität in der chemischen Analyse 362
Schöniger, W. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 284

Scholander, P. F., und Roughton, F. J. W. Bestimmung von Sauerstoff in Blut 79
Scholes, P. H. Photometrische Bestimmung von Vanadium im Stahl 71
Schott, H. O., siehe Strode, jr., C. W.
Schreier, K., und Hack, W. Bestimmung von Weinsäure 240
Schuhknecht, W., und Schinkel, H. Verunreinigte Proberohre als Fehlerquelle bei Untersuchungen von Grubengas 380
Schuhknecht, W., Stetzer, W., und Schinkel, H. Einsatzfähigkeit des Zeiss-Grubengas-Interferometers für die Bestimmung von Methan 380
Schulek, E., und Burger, K. Beiträge zur jodometrischen Bestimmung von Phenol auch in Gegenwart von reduzierenden Stoffen 184 [Or]
Schulek, E., Körös, E., und Kéthelyi, J. Bestimmung von Cyanokomplexe bildenden Metallen über Bromcyan 439
Schumacher, H., siehe Büchi, J.
Schwabe, K. pH-Messung in stark sauren oder stark alkalischen Lösungen 370
Schwartz, R. D., und Brasseaux, D. J. Bestimmung von n-Paraffinen in Erdöldestillaten 214
Schwarzenbach, G. Complexometric Titrations 193 [L]. — Siehe auch Anderegg, G.
Schwemer, W. C., Murphy, J. E., und Williamson, L. Wiederverwendung von AgCl-Fenstern für die Infrarotanalyse 43
Schwenk, U., siehe Horn, O.
Scott, M. L., siehe Natelson, S.
Šedivec, V. Titration von Quecksilber mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 119. — Siehe auch Vašák, V.
Sedlmayer, G., siehe Holzer, H.
Seelen, P. J., siehe de Ligny, C. L.
Seguin, P., siehe Ducret, L.
Seibel, W. Phosphorsäurebestimmung in Getreide 137
Šejanova, (F. H.) F. R., siehe Korenman, I. M.
Selenkina, M. S., siehe Turkel'taub, N. M.
Selivanova, N. M., und Zubova, G. A. Polarographische Bestimmung von Strontium 438
Semenenko, K. H., siehe Novoselova, A. B.
Semenza, G. Elektrophoretische Trennung von Glutathionderivaten 151. — Trennung und Bestimmung von Purinen und Pyrimidinen 316
Sen Gupta, J. G., siehe Majumdar, A. K.
Senn, W. L., siehe Berg, E. W.
Sen Sarma, R. S., und Mallik, A. K. Bestimmung von Uran 65
Sentjurin, I. G., siehe Palei, P. N.
Serra, J., siehe Estevan, J.
Servigne, Y., siehe Duval, Cl.
Šeskolskaja, A. Ja., siehe Ponomarev, A. I.
Sheldon, M. V., siehe Reilley, C. N.
Shelton, R. A. J. Bestimmung von Uran neben Wismut in Wismut-Uranlegierungen 65
Shimizu, T., siehe Kinoshita, Y.
Shimoe, D., siehe Sudo, T.
Shinagawa, M., Murata, T., und Yoshida, T. Polarographische Bestimmung von Zinn in antimonhaltigen Bleilegierungen 64
Shipstead, H. Berechnung des Anteils an Magermilchpulver in Brot mit Hilfe der Formoltitration 464
Sierra, F., und Sánchez-Pedreño, M. C. Eosin als Indicator bei fällungsmaßanalytischen Bestimmungen von Halogeniden mit Silberion 200
Siggia, S., und Stolten, H. J. An Introduction to Modern Organic Analysis 276 [L]
Siitonen, S., siehe Ringbom, A.
Silberman, H., und Thorp, R. H. Papierchromatographische Trennung der herzwirksamen Digitalisglykoside 233
Silva, E., siehe Feigl, F.
Simanov, Ju. P., siehe Novoselova, A. B.
Simmons, N. S., siehe Kay, E. R. M.
Simon, V., siehe Krejzová, E.; sowie Mráz, L.
Simons, J. H., Scheirer jr., G. L., und Ritter, H. L. Empfindliche Mikrowaage 204
Simonyi, I., und Tokár, G. Bestimmung von Salicylaldehyd, Salicylsäure und Salicylsäureester 459
Simpson, E. A., siehe Clinch, J.
Singh, B., und Sahota, S. S. Bestimmung organischer Hydrazinderivate 450
Singh, B. R., siehe Majumdar, A. K.
Sirotina, I. A., und Alimarin, I. P. Bestimmung des einwertigen Thalliums durch radiometrische Titration 120
Šittler, E., siehe Čefelín, P.

Skalický, L., siehe Latinák, J.
Skiba, K.-J., siehe Kaufmann, H. P.
Skljarenko, I. S., siehe Palei, P. N.
Smales, A. A., siehe Cabell, M. J.
Smetana, R., und Kořínek, J. Papierelektrophoretische Trennung der Eiweißstoffe in Rattenleber 152
Smirnov-Averin, A. P., Kostarev, G. B., und Krot, N. N. Anwendung von Äthylendiamintetraacetat für die chromatographische Trennung von Rubidium und Caesium 116
Smith, D. K., siehe Kahn, B.
Smith, F. A., und Gardner, D. E. Bestimmung von Fluor 146
Smith, G. F. Scheidetrichter zur Herstellung von reduzierenden Maßlösungen 204. — Bessere Ausführung der „Trockenpistole" 373. — Siehe auch Banick, W. M.; sowie Schilt, A. A.
Šnobl, D., siehe Večeřa, M.
Sobčuk, B. A., siehe Popov, V. V.
Sobel, C., Berkman, S., und Swabb, N. Spektralphotometrische Bestimmung von Glutamin-Oxalessigsäuretransaminase im Blutserum 320
Sode-Mogensen, M. Methoden der Butterkontrolle 136
Solé, A. Mikroelektrolysator 374
Solodovnik, S. M., Rusanov, A. K., und Kondrašina, A. I. Spektralanalytische Bestimmung von Scandium in Mineralien, Erzen und deren Verarbeitungsprodukten 309
Sommers, E. Photometrische Kupferbestimmung mit Bis-cyclohexanonoxalyl-dihydrazon 435
Soto Rodríguez, E., siehe Gálvez Morales, N.
Southworth, L., siehe Hershberg, E. B.
Soye, C. Maßanalytische Bestimmung von Cholin 455
Sozzi, J. A., und Niederl, J. B. Nachweis von Kohlenstoff und Stickstoff 376. —Siehe auch Niederl, J. B.
Spandrio, L., siehe Ceriotti, G.
Spanyár, P., Kevei, E., und Kiszel, M. Bestimmung von Nitrit und Nitrat nebeneinander 445. — Bestimmung des Capsaicingehaltes von Paprika 140
Speakman, J. B., siehe Ross, D. A.
Specker, H., siehe Doll, W.
Spěvák, A., siehe Večeřa, M.
Stagg, H. E., und Reed, R. H. Bestimmung von 4-Aminodiphenyl in technischem Diphenylamin 208
Stamm, O. A., und Zollinger, H. Bestimmung der o- und p-Isomeren von Hydroxyazofarbstoffen 458
Stárka, L., und Vystrčil, A. Papierchromatographische Trennung einiger Anthrachinon- und Anthron-Derivate 52, 297
Stárka, L., Vystrčil, A., und Stárková, B. Polarographische Bestimmung von Anthrachinon- und Anthronderivaten 297
Stark-Mayer, C., siehe Feigl, F.
Stárková, B., siehe Stárka, L.
Štefan, V., siehe Pleticha, R.
Stein, W. H., siehe Hirs, C. H. W.; sowie Moore, S.
Stejskal, Z., siehe Blažek, J.; sowie Kráčmar, J.
Stenhouse, J. Reaktion von Furfurol mit Anilin und Anilinhydrochlorid 324
Stephenson, W. H., siehe Higgons, D. J.
Stetzer, W., siehe Schuhknecht, W.
Stevens, H. M. Papierchromatographische Trennung verschiedener Wertigkeitsstufen von Mangan und Kupfer 116
Stevens, V. L., siehe Duggan, E. L.
Stewart, F. N., siehe Strode jr., C. W.
Stolten, H. J., siehe Siggia, S.
Stone, K. G. Determination of Organic Compounds 277 [L]
Stoner, R. E., und Weisberg, H. F. Bestimmung von Serumbilirubin mit der Diazoblau-Reaktion 157
Stransky, E., siehe Kern, A.
Straub, C. P., siehe Kahn, B.
Strebinger, R. Bestimmung des Sauerstoffverbrauches von Wässern 382
Strode jr., C. W., Stewart, F. N., Schott, H. O., und Coleman, O. J. Bestimmung von Salicylsäure in Acetylsalicylsäure und Aspirintabletten 227
Stross, F. H., siehe Sax, K. J.
Subbarow, Y., siehe Fiske, C. H.
Sudo, T., Shimoe, D., und Tsuji, T. Halbmikrobestimmung von Acetyl- und C-Methylgruppen 454
Sugár, E., siehe Szekeres, L.
Suk, V., siehe Ryba, O.
Šurikova, Je. I., siehe Vorchovceva, T. P.
Suryanarayana, Murthy, T., und Sarma, D. V. N. Separation of Thorium from Rare Earths 114 [Or]
Suslova, E. A., siehe Maslova, G. B.

Suzdalceva, S. F., siehe Šatenštejn, A. I.
Swabb, N., siehe Sobel, C.
Sykut, K. Typus des Relaxationscoulometers 196
Synek, L., und Večeřa, M. Anwendung von Kobaltoxyd als Verbrennungskatalysator bei der organischen Elementaranalyse 281
Synge, R. L. M., siehe Martin, A. J. P.
Szabadváry, F., siehe Erdey, L.
Szabó, Z., und Király, D. Torsionswaage für das chemische Laboratorium 373
Szádeczky Kardoss, G., siehe Benkö, I.
Szarvas, P., Jarabin, Z., und Dede, L. Anwendbarkeit von Rutin als neues analytisches Reagens 366
Szekeres, L., Sugár, E., Pap, É. Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen II. Hydrazinbestimmung mit Kaliumbromatmaßlösung 38 [Or]
Szumer, A. Z., siehe Hatt, H. H.

Täufel, K., und Müller, K. Papierchromatographische Abtrennung und oxydimetrische Bestimmung von Sorbit in Wein 462
Takeyama, S., siehe Gotô, H.
Tanaka, S., und Arakawa, H. Nachweis und IR-spektrometrische Bestimmung verschiedener Stoffe in Xylidinfraktionen 213
Tanaka, S., und Ogawa, M. Infrarotspektren komplizierter Gemische verschiedener Säuren 43
Tarutani, T., siehe Iwasaki, I.
Tayal, J. N., siehe Natarajan, R.
Tělupilová-Krestýnová, O., und Šantavý, F. Papierchromatographische Trennung und Bestimmung der Meerzwiebelglykoside 235
Terem, H. N., und Tuğtepe, M. Thermische Zersetzung von Kupfersulfat 364
Tesařík, K., siehe Janák, J.
Theander, O. Papierionophorese von Aldehyden und Ketonen 47
Thiard, A., siehe Hecht, F.
Thiel, C. C., siehe Loftus-Hills, G.
Thienpont, R. A. J., siehe Bloch, L.
Thilo, E. Vorlesungen über allgemeine und anorganische Experimentalchemie 434 [L]
Thompson, J. K., und Wilson, C. L. Stabilität unlöslicher Anthranilate verschiedener Metalle 364
Thorp, R. H., siehe Silberman, H.
Threfall, C. J. Analyse der säurelöslichen Phosphorverbindungen im Skeletmuskel der Ratte 144
Tiao-Hsü Chang. Abtrennung von Europium von den anderen Seltenen Erden 442
Tichvinskij, S. B., siehe Dembo, A. G.
Tölg, G., siehe Geilmann, W.
Tokár, G., siehe Simonyi, I.
Tomic, E., Ladenbauer, I.-M., und Pollak, M. Beitrag zur Trennung des Urans von Thorium mittels Ionenaustausches und zur fluorimetrischen Uranbestimmung 28 [Or]
Tomilov, B. I., siehe Portnov, M. A.
Toops, E. E., siehe Riddick, J. A.
Toro, G., siehe Ackermann, P. G.
Toropov, A. P., und Pasovskaja, G. B. Vervollkommnungen und Vereinfachungen in der Durchführungstechnik konduktometrischer Titrationen 195
Toth, J., und Gráf, L. Bestimmung des Helium- und Wasserstoffgehaltes in Erdgas 380
Trevelyan, W. D., Procter, D. P., und Harrison, J. S. Bestimmung der Zucker im Wein 463
Trnka, J. Bestimmung von Calciumspuren in Alkalichloridkristallen 73
Troickij, K. V. Extraktion von Rhodanidkomplexen des Niobs mit organischen Lösungsmitteln 124
Tsuji, T., siehe Sudo, T.
Tuğtepe, M., siehe Terem, H. N.
Turkel'taub, N. M., Koljubjakina, A. I., und Selenkina, M. S. Über den Einfluß der Feuchtigkeit beim Silicagel auf die gaschromatographische Trennung der Gase 43
Turovceva, Z. M., Litvinova, N. F., Michailova, G. V., Noskov, A. S., und Chalitov, R. Š. Bestimmung des Gasgehaltes in Metallen durch Vakuumschmelze 301. — Siehe auch Michailova, G. V.

Udenfriend, S., siehe Brodie, B. B.
Underhill, F. P. Bestimmung von Weinsäure 240
Unterzaucher, J. Jodometrische Mikro- und Ultramikro-C-H-Bestimmung 279
Urbain, M. Bestimmung von Aluminiumnitrid und oxydischen Einschlüssen im Stahl 389
Usdin, E., und Porath, J. Trennung größerer Mengen von Folsäure und ihren Derivaten 142

Valcha, J. Bestimmung von Terephthalsäure neben p-Toluylsäure 296
Valenciano, O. A., und Ibarra, A. Chromatographie der nach dem Nahrungsmittelgesetz zugelassenen Farbstoffe 140
van der Wal, P., siehe Boelhouwer, C.
Vango, S. P. Bestimmung von Stickstoff 376
van Weezel, G. J., siehe Kies, H. L.
Varde, M. S., siehe Nadkarni, M. N.
Varga, E., und Vastagh, G. Bestimmung von Veritol und Paredrine 240. — Siehe auch Zöllner, É.
Varšavskij, Ja. M., siehe Šatenštejn, A. I.
Vašák, V., und Šedivec, V. Titration von Quecksilber 119
Vastagh, G., siehe Varga, E.
Vaughan, G. A., siehe White, D.
Večeřa, M. Schwefelbestimmung in organischem Material 278. — Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 284. — Siehe auch Gasparič, J.; sowie Jurečcek, M., und Synek, L.
Večeřa, M., und Borecký, J. Identifizierung von Anthrachinonsulfonsäuren 459
Večeřa, M., und Bulušek, J. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 278, 284
Večeřa, M., Gasparič, J., Šnobl, D., und Jurečcek, M. Bestimmung organischer Sulfide 287
Večeřa, M., Gasparič, J., und Spěvák, A. Mikroidentifizierung der niederen aliphatischen Alkohole der O-Alkyl- und N-Alkylgruppen 285
Večeřa, M., Petránek, J., und Gasparič, J. Papierchromatographische Trennung von Hydrazoverbindungen 295
Večeřa, M., und Šnobl, D. Statistische Bewertung der Methoden der organischen Mikroelementaranalyse 278. — Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 283
Večeřea, M., und Spěvák, A. Organische Elementaranalyse 279
Venturello, G., und Ghe, A. M. Nachweis verschiedener Metalle in Aluminiumlegierungen 62. — Quantitative Trennungen der in Aluminiumlegierungen vorhandenen Metalle 62
Veresköi, J., siehe Bognár, J.
Veselago, L. I. Bestimmung von niederwertigem Titan in Gegenwart von zweiwertigem Eisen 121
Vigh, K., siehe Erdey, L.
Vincent, M. C., Krupski, E., und Fischer, L. Bestimmung sympathicomimetischer Amine in Arzneimitteln 397
Vishnu, siehe Ramaiah, N. A.
Vogelenzang, E. H. Nachweis von Fluorid in Calciumphosphat 308
Volke, J. Polarographie von N-haltigen heterocyclischen Verbindungen 461
Vonesch, E. E., siehe Guagnini, O. A.
Vorchovceva, T. P., und Šurikova, Je. I. Bestimmung des wahren Gehaltes von Vitamin B_{12} 141
Vorobjev, A. S. Titrimetrische Bestimmung von Jodid-, Bromid- und Chloridion nebeneinander 128
Vřešťál, J., Havíř, J., Brandštetr, J., und Kotrlý, S. Trennung von Phosphat und Fluorid in Form ihrer Silbersalze 447
Vydra, F., siehe Körbl, J.
Vystrčil, A., siehe Stárka, L.

Wadier, C., siehe Duval, Cl.
Wagner, H., siehe Hörhammer, L.
Wagner, W. F., siehe McNerney, W. N.
Wakamatsu, S. Schnellbestimmung von Magnesium in Aluminiumlegierungen 61. — Spektrophotometrische Bestimmung von Vanadium in Stahl und Eisen 71
Waki, H., siehe Yoshimura, J.
Waksmundzki, A., Oščik, J., Frelek, Z. Trennung und Identifizierung der isomeren Mononitro-o-toluidine 51
van der Wal, P., siehe Boelhouwer, C.
Washburn, E., siehe Maynert, E. W.
Watanabe, S., siehe Gotô, H.
Waterbury, G. R., siehe Bricker, C. E.
Waterman, H. I., siehe Abrahamse, J. C., sowie Boelhouwer, C.
Webb, A. D., siehe Kepner, R. E.
Weberling, R., siehe Bastian, R.
van Weezel, G. J., siehe Kies, H. L.
Weill, C. E., und Bedekian, A. Bestimmung von Aminostickstoff in gefärbten Lösungen 281
Weil-Malherbe, H., und Bone, A. D. Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 154
Weiner, R., und Ney, E. Komplexometrische Titration von Chrom(III)-ion in Chromsäurelösungen 432 [Or]
Weinmann, H., siehe Rappaport, F.
Weisberg, H. F., siehe Stoner, R. E.

Weiser, M., und Zacherl, M. K. Isolierung, Identifizierung und Bestimmung von Pervitin aus biologischem und forensischem Material 320
Weissberger, A. Physical Methods of Organic Chemistry 277 [L]
Weissmann, B., Bromberg, Ph. A., und Gutman, A. B. Halbquantitative Bestimmung der Purine 159. — Trennung und Identifizierung der Purinbasen im menschlichen Harn 159
Wendlandt, W. W., Thermogravimetrische Pyrolysekurven von Tetraphenyloboraten 203. — Thermolysekurven der 2-Methyloxinate verschiedener Metalle 364. — Thermische Zersetzung der Chelate der Seltenen Erden mit 5,7-Dihalogen-8-hydroxychinolinverbindungen 441. — Gewichtsanalytische Thoriumbestimmungen 444
Wenger, P.-E., Monnier, D., und Kapétanidis, I. Dissoziationskonstanten von Diaminoglyoxim und seine Löslichkeit in Wasser 366
Wennerstrand, B., siehe Kinnunen, J.
Wertan, S., siehe Diener, E. W.
Werz, W. Bestimmung von Vanadium in Schlacken und Erzen von Schwermetallen 309
West, Ph. W., siehe Robinson, J. W.
Whetsel, K., Roberson, W. E., und Krell, M. W. Bestimmung von N-Alkyl- und N-Alkyl-N-hydroxyalkylamine 295
White, Ch. E., und Hoffman, D. E. Bestimmung von Bor als Komplexverbindung mit Benzoin 440. — Siehe auch Campbell, W. J.
White, D., und Vaughan, G. A. Trennung der homologen Phenole und Kresole 456
Whittingham, J. R., siehe Robinson, F. A.
Wickbold, R. Bestimmung kleiner Mengen Schwefel und Chlor in organischen Substanzen 377
Wiedmann, H. Schnellbestimmung von Titan in Kupferlegierungen, Stahl und Aluminiumlegierungen 59
v. Wijngaarden, D., siehe de Ligny, C. L.
Wilgain, S., siehe Picciotto, E.
Wiliamson, L., siehe Schwemer, W. C.
Wilkins, D. H., und Hibbs, L. E. Bestimmung von Kobalt in Kobalt-Platinlegierungen 392
Wilson, C. L., siehe El-Badry, H.; sowie Thompson, J. K.
Wilson, H. N., siehe Elwell, W. T.
Wilson, W. J. Maßanalytische Bestimmung von Zink in Holzimprägnierungslösungen 216
Wincor, W., siehe Kleinert, T. N.
Winsauer, K. Papierchromatographische Bestimmung von Hydroxystearinsäuren 49
Winzen, W., siehe Drekopf, K.
Wittmoser, A., Bockshammer, H., und Gras, W. D. Analyse von Rückständen aus Roheisen und Gußeisen 304
Woidich, H., Schmid, L., und Gnauer, H. Bestimmung der Säuren in Getränken 461
Wolff, J. P. Qualitätsprüfung der Nahrungsfette 137
Wolff jr., V. C., siehe Epstein, J.
Wolfrom, M. L., und Miller, J. B. Bestimmung von Zuckern in Wein 463
Wollermann, L. A., siehe Englis, D. T.
Wright, M. E., siehe Robinson, F. A.
Wright, S. E., siehe Harrison, J.
Wyatt, G. R., und Cohen, S. S. Hydrolysierung von Desoxyhydronucleinsäure 316

Yamamura, S. S., siehe Fritz, J. S.
Yamazaki, Y. Polarographische Bestimmung von Wismut und Antimon in Kupfer 383
Yanowski, L. K., siehe Payton, P. L.
Yasuda, K., und Amano, K. Bestimmung verschiedener Elemente in Kupferlegierungen 384
Yemm, E. W., siehe Cocking, E. C.
Yokosuka, S. Photometrische Bestimmung von Zink in Nickelmetall 393
Yoshida, M., siehe Iwasaki, I.
Yoshida, T., siehe Shinagawa, M.
Yoshimura, J., und Waki, H. Analyse von Silicaten durch Ionenaustausch 393

Zacherl, M. K., siehe Hecht, F.; sowie Weiser, M.
Zahnd, H., und Sandler, S. Nachweis verschiedener Zuckerarten vor allem Unterscheidung von Pentosen und Hexosen 290
Zak, B., siehe Zlatkis, A.
Zaki, M. R., siehe Khalifa, H.
Zaky, M. R., siehe Korkisch, J.

Zapp, E. É., siehe Pungor, E.
Zdražil, J., siehe Roubal, J.
Zelvis, A. I. Farbreaktion auf Antimon mit Diphenylcarbacid 123
Zimmermann, M. Photometrische Metall- und Wasseranalysen, Ergänzung 1957. 54 [L]
Zimmermann, W. Stickstoffbestimmung in organischem Material 278. — Bestimmung von Sauerstoff 377. Chemische Bestimmungsmethoden von Steroidhormonen in Körperflüssigkeiten 316 [L]
Zlatkis, A., Zak, B., und Boyle, A. J. Bestimmung von Cholesterin im Serum 79
Zöllner, É., und Varga, E. Bromatometrie und ihre Beeinflussung durch Bromide 371
Zollinger, H., siehe Stamm, O. A.
Zolotuchin, V. K. Bestimmung von Aluminium 120
Zubova, G. A., siehe Selivanova, N. M.
Zýka, J., siehe Berka, A., sowie Čiháková, M., Krejzová, E., Mráz, L., und Schillerová, V.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Absorptionsanalyse in der chemischen Analyse 363
Absorptionsspektroskopie, Papierstreifenhalter 373
Abwasser, Bestimmung von Stickstoff 382; von Acrylnitril 383; von Phenolen und Sulfid 383; siehe auch Wasser
Acaricide, Analyse 220
Aceton, Bestimmung von Wasser 206
Acetonitril, Bestimmung von Wasser 206
Acetoxyanthrachinon, R_f-Wert 53
p-Acetylaminohydrazobenzol, Abtrennung 295
1-Acetylamino-2-methyl-4-bromanthrachinon, R_f-Wert 53
3-Acetylamino-2,4,6-trijodbenzoesäure, Nachweis 225
Acetyldigitoxin, R_f-Wert 233
Acetyldigoxin, R_f-Wert 233
Acetylgitoxin, R_f-Wert 233
Acetylgruppen, Halbmikrobestimmung 454
N-Acetylhydrazobenzol, Abtrennung 295
2-Acetyl-3-naphthoesäure als analytisches Reagens 367
Acetylsalicylsäure, Bestimmung von Salicylsäure 227
Acidimetrie in nichtwäßrigem Medium 371
Ackerböden, Spurenanreicherung 354
Acridin, polarographische Untersuchung von Derivaten 461
Acrylnitril, Bestimmung in Wasser und industriellen Abwässern 383
Adenin, Bestimmung 160, 317
Adenosindiphosphat, Bestimmung 145
Adenosintriphosphat, Bestimmung 145
N,N′-Adipin-di(3-amino-2,4,6-trijodbenzoesäure), Nachweis 225
Adrenalin, Bestimmung 225; in Blut und Harn 154
Äpfelsäure, Titration in Getränken 461
Äthan, gaschromatographische Abtrennung und Bestimmung 43, 194
Äthanol, Bestimmung neben Methanol 285; Bestimmung von Methanol 135
Äthoxynaphthalin, Bestimmung 285
Äthoxyresazurin zum Nachweis verschiedener SH-Verbindungen 293
Äthoxyresorufin zum Mikronachweis verschiedener SH-Verbindungen 293
Äthylacetat, Bestimmung von Wasser 206
Äthylamin, Kristalldaten der Chelate 203; Bestimmung des Hydrochlorids 47
N-Äthylanilin, Bestimmung 295
Äthyldimethylphosphoramidocyanid, Bestimmung von Cyanwasserstoff 76
Äthylen, gaschromatographische Abtrennung 43; Bestimmung von Propylen in Reinäthylen 194
Äthylendiamintetraacetat bei der Bestimmung von Eisen(III) 130; potentiometrische Titration 264
Äthylendiamintetraessigsäure, Thermostabilität 202; Thermostabilität des Dinatriumsalzes 202
Äthylenoxyd, Nachweis 290
Äthylgallat, Bestimmung in Fetten 137
N-Äthylgruppen, Nachweis 448
2-Äthylhexylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
N-Äthyl-N-2-hydroxyäthylanilin, Bestimmung 295

N-Äthyl-N-2-hydroxyäthylanilin und p-Dimethylaminobenzaldehyd, Reagens zum Nachweis von Phosgen 75
5-Äthyl-5-(1-methylbutyl-barbitursäure), Identifizierung des Mononatriumsalzes 399
Äthylmorphinhydrochlorid, Bestimmung 225
Äthyltrichlorsilan, Bestimmung in der Luft 299
Äthylvanillin, Nachweis und R_f-Wert in Nahrungsmitteln 139
Aglucone, Trennung in Gerbstoffen 77
Aglykone, Bestimmung 234
Aktivierungsanalyse in der chemischen Analyse 362
Alanin, Infrarotspektrum 148
Aldehydderivate des 10-Oxocamphers, polarographische Bestimmung 231
Aldehyde, Papierionophorese 47; massenspektrometrische Untersuchung aliphatischer Aldehyde 47
Aliphatischer Amine, polarographische Bestimmung 138
Alizarin, Farbreaktion mit Indium 443
Alkalichloridkristalle, Bestimmung von Calciumspuren 73
Alkalimetrie in nichtwäßrigem Medium 371
Alkalische Lösungen, p_H-Messung in stark alkalischen Lösungen 370
Alkaliverbindungen, Bestimmung von Aluminium und Eisen 397
Alkaloidähnliche Arzneistoffe, Mikrobestimmung 235
Alkaloide, colorimetrische Mikrobestimmung 235; polarographische Untersuchung 461; Titration 195; Bestimmung in Tinkturen mit Tropäolin 00 236
Alkohole, Mikroidentifizierung der niederen aliphatischen Alkohole 285; Bestimmung 206; Bestimmung tertiärer Alkohole durch Dehydratisierung neben Toluolsulfonsäure als Katalysator 286; papierchromatographische Trennung der Xanthogenate 449; Bestimmung in Süßmosten 133
Alkoxysulfonate, Analyse 76
N-Alkylamine, Bestimmung 295
Alkylchlorsilane, Bestimmung in der Luft 299
N- und O-Alkylgruppen, Bestimmung 285
N-Alkyl-N-hydroxyalkylamine, Bestimmung 295
N-Alkylsalicylaldimin-Chelate, Kristalldaten 203
Allobarbital, Nachweis 226
Allylalkohol, Bestimmung 47
Allylamin, Bestimmung 47
Allylgruppen, quantitative Bestimmung 46
Allyl-isobutyl-barbitursäure, Bestimmung 46
Allyl-isopropyl-barbitursäure, Bestimmung 46
Aloeemodin, Bestimmung von Aloin 228
Aloin, photometrische Bestimmung 228
Altax, Bestimmung von Mercaptobenzthiazol 218
Aluminium, Infrarotspektren des Oxinats 365; p_H-Bereich der Fällung 253; Verhalten bei der Extraktion 356; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Bestimmung 120, 398; mit Fluoresceinkomplexon 200; Bestimmung in Wasser 56; Nachweis in Legierungen 302; Bestimmung in Kupferlegierungen 59, 384; in Zinkspritzgußlegierungen 384; in Titan 64; im Stahl 389; in Silicaten 393; in Alkaliverbindungen 397; neben Si, Fe, Ti und P in Brennstoffaschen 210; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung verschiedener Elemente in Reinaluminium 384; Abtrennung des Berylliums 307; s. auch Duraluminium
Aluminiumbronzen, Bestimmung von verschiedenen Elementen 384
Aluminiumchlorisopropylat, Fluoreszenzreaktion mit Ketonen 459
Aluminiumlegierungen, Nachweis von Mn, Mg, Cu, Fe, Zn, Ni und Cr 62; quantitative Trennung der vorhandenen Metalle 62; Schnellbestimmung von Magnesium 61; Bestimmung von Bor in siliciumreichen Aluminiumlegierungen 61; von Titan 59
Aluminiumnitrid, Bestimmung im Stahl 389
Ameisensäureester, spezifischer Nachweis 50
Amidopyrin, Bestimmung 285
Amine, Infrarotspektren aliphatischer und aromatischer Amine 287; Bestimmung von flüchtigen aliphatischen Aminen 138; von Hydrochloriden tert. Amine neben Hydrochloriden unacetylierbarer Amine 47; aliphatischer Amine in biologischem Material 147; sympathicomimetischer Amine in Arzneimitteln 397; Bestimmung von Wasser in Gegenwart von

Aminen 206; siehe auch aromatische Amine
Aminoanthrachinon, R_f-Wert 53
Aminoanthrachinone, Bestimmung 297
4-Aminoantipyrin zur Bestimmung phenolischer Arzneistoffe 398
2-Amino-2-desoxytalose, Abtrennung 291
1-Amino-2,4-dibromanthrachinon, R_f-Wert 53
4-Aminodiphenyl, Bestimmung in technischem Diphenylamin 208
Amino-G-Säure, Infrarotspektrum 43
Aminogruppe, Bestimmung von Verbindungen mit diazotierungsfähiger Aminogruppe 225
Aminoguanidinhydrochlorid, Bestimmung 450
2-Aminohexosen, Abtrennung von Talosamin 291
Amino-J-säure, Infrarotspektrum 43
1-Amino-2-methylanthrachinon, R_f-Wert 53
1-Amino-2-methyl-4-bromanthrachinon R_f-Wert 53
1-Amino-2-methyl-4-chloranthrachinon R_f-Wert 53
Aminonaphtholsulfonsäuren, papierchromatographisches Verhalten 293; Infrarotspektra der 2-Amino-8-naphthol-6-sulfonsäure und der 2-Amino-5-naphthol-7-sulfonsäure 43
Aminopolycarbonsäuren, Untersuchung der Zusammensetzung der Komplexe mit Thorium 122
Aminosäuremischungen, Bestimmung der Menge an Stoff 409
Aminosäuren, Infrarotspektren 148; Hochspannungspapierelektrophorese von Mischungen von Aminosäuren und anderen Säuren 453; Bestimmung basischer Aminosäuren 149
Aminostickstoff, Bestimmung in gefärbten Lösungen 281
2-Aminothiophenol, Nachweis und Mikrobestimmung 293, 294
Ammoniak, polarographische Bestimmung 138; Bestimmung in Gasgemischen 379; in Blut 78
Ammoniumjodid, Thermostabilität 202
Ammoniummolybdat zur gleichzeitigen Bestimmung von Phosphor- und Kieselsäure 2
Ammoniumsulfat, Abtrennung 149
Ammoniumvanadat, amperometrische Titration mit Mohr'schem Salz 362
Amperometrische Ultramikrotitrationen 362
n-Amylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Amylobarbitur, Bestimmung 399
Anaesthesin, Bestimmung 236
Analyse, Anwendung der Radioaktivität in der chemischen Analyse 362; Verwendung von Thiosalzen in der qualitativen Analyse 372; Anwendung von Grenzflächenerscheinungen in der chemischen Analyse 202; Nachweis einiger Metalle im Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442; organische Halbmikroanalyse in makroanalytischer Apparatur 278; Apparat zur Mikroanalyse inerter Gase 204; Filtrationsapparat für die organische Analyse 375; Colorimetrische Analyse (Lange) 42 [L]; photometrische Metall- und Wasseranalysen (Zimmermann) 54 [L]; organische Analyse (McGookin) 274 [L]; (Cheronis) 275 [L]; (Cheronis-Entrikin) 275 [L]; (Fritz-Hammond) 276 [L]; (Siggia-Stolten) 276 [L]; Determination of Organic Compounds (Stone) 277 [L]; siehe auch pharmazeutische Analyse
Analysenverfahren, Bewertung 371
Analytical Methods Committee, Bestimmung kleiner Mengen Chlor aus Rückständen von Pflanzenschutzmitteln 75
Analytische Chemie (Kranz) 193 [L]
Analytische Standards, Thermostabilität 202
Anhydro-Digitoxigenin, R_f-Wert 233
Anhydro-Digoxigenin, R_f-Wert 233
Anilide, elektrophoretische Analyse 224
Anorganisches Material, Ultramikronachweis von Jod 87
Anthrachinon, Bestimmung 52, 297; R_f-Wert 53
Anthrachinonderivate, papierchromatographische Trennung 52
Anthrachinonsulfonsäuren, Identifizierung 459; Bestimmung 297
Anthranilate, Stabilität von verschiedenen Metallen 364; UR-Spektren und analytische Anwendungen von Metallanthranilaten 161
Anthranilsäure, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161
Anthron, Bestimmung 297; R_f-Wert 53
Anthronderivate, papierchromatographische Trennung 52
Antibioticum Aureomycin, Mikronachweis 229
Anti-Composition Tables for Carbon Compounds (Hatt-Pearcey-Szumer) 277 [L]
Antihistaminica, Bestimmung 398

Antimon, Farbreaktion mit Diphenylcarbazid 123; Infrarotspektrum des Oxinats 365; spezifische Reaktion zum Nachweis 123; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Bestimmung 261; in Kupfer 383; in Eisen und Stahl 69; Mikrobestimmung in organischen Substanzen 282; Bestimmung in Fowlerscher Lösung bzw. in Brechweinstein 225; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Antimon(III), Verhalten bei der Extraktion 356
Antimonhaltige Bleilegierungen, Bestimmung von Zinn 64
Antimonkomplexsalze zur Titration organischer Basen 225
Antioxydantien, Bestimmung in Fetten 137
Antipyrin, Bestimmung 285, 398
Apfelsaft, Untersuchung in der Lebensmittelkontrolle 133; Bestimmung der Säuren 461
Apomorphin, Bestimmung 236
Aprobarbital, Nachweis 226
Arabinose, Farbreaktion 291
Arecolin, Bestimmung 236
Arginin, Infrarotspektrum 148; Mikrobestimmung 150; Abtrennung 149
Aromaten, Bestimmung 449
Aromatische Amine, Stenhouse-Reaktion primärer aromatischer Amine 324
Aromatische Kohlenwasserstoffe, Nachweis 292
Arsen, Bestimmung 261; Bestimmung als Molybdänblau 446; kleiner Mengen als Molybdänblau 122; Bestimmung in Blei 63, 64; in Wolfram 304; in Fowlerscher Lösung bzw. in Brechweinstein 225; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Arsen(III), Verhalten bei der Extraktion 356
Arsen(V), Verhalten bei der Extraktion 356
Arsenazo zum Nachweis von Aluminium in Legierungen 302
N-Arylaminonaphthalinsulfonsäuren, papierchromatographisches Verhalten 293
Arylchlorsilan, Bestimmung in der Luft 299
Arzneimittel, Bestimmung sympathicomimetischer Amine 397
Arzneistoffe, Bestimmung phenolischer Arzneistoffe mit 4-Aminoantipyrin 398; alkaloidähnlicher Arzneistoffe 235
Asche, Bestimmung in Süßmosten 133
Aschenalkalität, Bestimmung in Süßmosten 133
Ascorbinsäure, Bestimmung 225; Nachweis in Lebensmitteln 133; Bestimmung im Saft aus schwarzen Johannisbeeren 133
Asparagin, Bestimmung 416; Abtrennung 454
Asparaginsäure, Infrarotspektrum 148; Abtrennung 454
Aspirintabletten, Bestimmung von Salicylsäure 227
Asphalt, Bestimmung in Braunkohlenteer 212
Atarax, Bestimmung 398
Atebrin, Bestimmung 285
Atmosphäre, Spektrometer zur automatischen Bestimmung von Ozon 54
Aufnahmeapparat und Verschlußklappe für Destillationskolonnen 374
Aureomycin, Mikronachweis 229
Avil, Bestimmung 236
Azide, Bestimmung neben anderen Stoffen 445
2,2′-Azo-bis-isobutyronitril, Bestimmung 288
Azofarbstoffe, Farbreaktionen mit Indium 443; Bestimmung der o- und p-Isomeren von Hydroxyazofarbstoffen 458
Azoviolett, Bestimmung von Phenolen und Carbonsäuren 294

Banthin, Bestimmung 228
Barbital, Nachweis 226
Barbitale, Nachweis 226
Barbiturate mit Cyclohexenylgruppe, Bestimmung 226
Barbitursäurederivate, jodchlorometrischer Nachweis 226
Barium, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Nachweis im Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442; flammenphotometrische Bestimmung 438; Bestimmung mit Fluoresceinkomplexon 200; komplexometrische Bestimmung in Bariumsalzlösungen und Nickellegierungen 305; Bestimmung in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Bariumanthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161
Bariumsalzlösungen, Bestimmung von Barium 305
Bariumsulfat, Fällung aus wäßrigem und nichtwäßrigem Medium 321

Bariumsulfathaltiges Material, flammenphotometrische Bestimmung von Barium 438
Bariumthiosulfat, Thermostabilität 202
Basen, potentiometrische Titration schwacher Basen in verdünnten wäßrigen Lösungen 195
Basethyrin, Bestimmung 371
Batylalkohol, Bestimmung 289
Baumwollsaatöl, Untersuchung 136
Bauxit, Bestimmung von Phosphat 309; von Uran 92
Beerenobst, Bestimmung der Säuren in Preßsäften 461
Benzalazin, Bestimmung 450
Benzalsemicarbazon, Bestimmung 450
Benzanthron, Bestimmung 297
Benzilsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Benzoesäure, Thermostabilität 202; R_f-Wert von Derivaten 452
Benzoin bei der fluorimetrischen Bestimmung von Bor 440
Benzol, Bestimmung von Wasser 206
Benzolcarbonsäuren, quantitative Bestimmung 459
1-Benzoylamino-2-chloranthrachinon, R_f-Wert 53
p-Benzoylamino-hydrazobenzol, Abtrennung 295
Benzoylperoxyd, Verwendung bei der Schmelzreaktion in der organischen Tüpfelanalyse 448
Benzylamin, Bestimmung des Hydrochlorids 47
Berberin, Bestimmung 236
Beryll, Analyse 307
Beryllium, Verhalten bei der Extraktion 356; Nachweis mit Thiosalzen 372; Trennung von anderen Metallen durch Ionenaustausch 307; Bestimmung in Kohlenaschen 210; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Bianthronyl, Bestimmung 297; R_f-Wert 53
Biligrafin, Nachweis und R_f-Wert 225
Bilirubin, Bestimmung im Serum mit der Diazoblau-Reaktion 157
Biologische Registriertechnik, Einführung (Klensch) 316 [L]
Biologisches Material, Aufspaltung von tierischem und pflanzlichem Gewebe zur Bestimmung von Kalium und Natrium 143; Bestimmung von Thalliumspuren 61; von Kohlenstoff 143; von Phosphorsäureestern als Molybdänblau 449; von Schwefel 146; Trennung verschiedener Wertigkeitsstufen von Mangan und Kupfer 117; Bestimmung aliphatischer Amine 147; von Pervitin 320; der Schilddrüsen-Hormone 154; Nachweis von E 605 in Organextrakten 147
Biotit, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Bis-p-chlorphenyldisulfid, Bestimmung 221
Bis-cyclohexanon-oxalyldihydrazon zur photometrischen Bestimmung von Kupfer 435
Bis-di(carboxymethyl)-aminomethyl-fluorescein, Metallindicator 200
3,3′-Bis-N-N-di-(carboxymethyl)-aminomethyl-thymolsulfophthalein als Metallindicator 368
Bismuthiol II als analytisches Reagens 81, 257, 261
Blätter, Bestimmung von Eisen 209
Blei, Stabilität des Anthranilates 364; Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Anreicherung in Reinstindium 112; Nachweis im Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442; Bestimmung 267; mit Dithizon 201; polarographische Bestimmung 197; Trennung von Platin, Palladium, Iridium und Rhodium 117; Bestimmung in Wein 134; in Kupfer 60; in Indium 112; als Bleidioxyd in Eisen und Stahl 70; Bestimmung in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103; Bestimmung von Arsen 63, 64
Bleianthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161
Bleilegierungen, Bestimmung von Zinn in antimonhaltigen Bleilegierungen 64
Blut, Bestimmung in Leberproben 156; Bestimmung von Ammoniak 78; von Phosphorsäureestern als Molybdänblau 449; von Sauerstoff 79; von Harnsäure 158; von Adrenalin und Noradrenalin 154; von Cholesterin 154
Blutserum, Bestimmung der Glutamin-Oxalessigsäuretransaminase 320
Boden, Bestimmung von Magnesium 209
Bor, gravimetrische Bestimmung 440; Bestimmung als Komplexverbindung mit Benzoin 440; Bestimmung von Spuren in siliciumreichen Aluminiumlegierungen 61; Bestimmung in Silicium 385; Verbesserung der maßanalytischen Bestimmung in Eisen-

metallen 68; Bestimmung im Stahl 70, 389; in Hochtemperaturlegierungen 69; in Gesteinen durch Neutronenaktivierung 308
Borat, Komplex mit Brenzcatechinviolett 199
Branntweine, Bestimmung von Methanol 135
Braunkohlenteer, Charakterisierung der Herkunft und Qualität 212
Brechweinstein, Bestimmung von Arsen und Antimon 225
Brennstoffaschen, Bestimmung von Si, Al, Fe, Ti und P nebeneinander 210
Brenzcatechin, Bestimmung 398
Brenzcatechinviolett, Komplexe mit drei- und vierwertigen Metallen 199
Brillantgrün 6 B, R_f-Wert 219
Brillantindocyanin 6 B, R_f-Wert 219
Brom zur coulometrischen Bestimmung von Olefinen 284; Bestimmung in organischen Substanzen 284; Bestimmung von Kohlenstoff 73
Bromatometrie, Beeinflussung durch die Menge der Bromide 371
Bromatometrische Messungen 38
Bromcyan bei der Bestimmung von Metallen, die Cyanokomplexe bilden 439
Bromhelianthinverfahren zur Bestimmung von Mangan in Legierungen 305
1-Brom-2-hydroxy-3-naphthoesäure als analytisches Reagens 367
Bromid, Bestimmung 446; neben Jodid und Chlorid 128
Bromierung zur Bestimmung von Methylvinylketon 451
3-Bromocampher, Halbstufenpotentiale 232
3-Bromo-D-campher, polarographische Bestimmung 231
3-Bromooxocampher, Bestimmung 231
3-Bromo-8-oxocampher, Halbstufenpotentiale 232
N-Bromsuccinimid zur Bestimmung von Allylgruppen 46
Brot, Bestimmung von Magermilchpulver 464
Brucin, Titration 195
Bulbocapnin, Bestimmung 236
Butan, gaschromatographische Abtrennung 43
n-Buten-1, Strukturanalyse von Polymerisationsprodukten 218
Butobarbital, Nachweis 226
Butter, Methoden der Kontrolle 136
Buttersäure, R_f-Wert von Derivaten 452
n-Butylamin, Kristalldaten der Chelate 203
4-Butyl-1,2-diphenylpyrazolidin-3,5-dion, Bestimmung 399
Butylen, gaschromatographische Abtrennung 43
Butyl-hydroxy-anisol, Bestimmung in Fetten 137
Butylkautschuk, Bestimmung der Ungesättigtheit 74
Butylmethacrylat, Bestimmung 285
n-Butyl-phenylcarbaminat, Bestimmung 285

Cadion zum Nachweis von Cadmium 439
Cadmium, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Stabilität des Anthranilats 364; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Anreicherung in Reinstindium 112; Nachweis mit Cadion 439; Bestimmung 267; polarographische Bestimmung 197; Bestimmung mit Dithizon 201; als Cyanokomplex über Bromcyan 439; mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 440; gravimetrische und volumetrische Bestimmung 257; Titration mit Triäthylentetramin 372; Bestimmung in Indium 112; in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Thalliumspuren 61
Cadmiumanthranilat, Infrarotspektren und analytische Anwendung 161
Cadmiumkomplexsalze zur Titration organischer Basen 225
Caesium, indirekte photometrische Bestimmung 435; Trennung von Rubidium mittels Äthylendiamintetraacetat 116; Bestimmung von Radiocaesium in Wasser 381; Bestimmung in Meteoriten, Gesteinen und Mineralien 394
Calcium, Verhalten bei der Extraktion 356; Nachweis im Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442; Bestimmung mit Hilfe der Zinkphosphatelektrode 196; Mikrobestimmung 118; Titration mit ÄDTA 437; Bestimmung mit Fluoresceinkomplexon 200; Abtrennung bei komplexometrischen Titrationen 370; Bestimmung neben Magnesium 437; neben Strontium 437; Nachweis in Lebensmitteln 133; Bestimmung in Milch und Käse 137; in Titan 64; von Spuren in Alkalichloridkristallen 73; Bestimmung in Silicaten 393; in Pflanzenaschen 209; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Calciumadditive, Bestimmung in Schmierölen und Konzentraten 215

Calciumoxalat, Thermolysekurve 203
Calciumphosphat, Nachweis von Fluorid 308
Camphen, Identifizierung 460
Campherderivate, polarographische Bestimmung 231; Abhängigkeit der Halbstufenpotentiale von der Struktur 232
Caprinsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
ε-Caprolactam, Bestimmung mit Kaliumwismutjodid 74; Bestimmung in Polymeren 74
Capronsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Caprylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Capsaicin, Bestimmung in Paprika 140
Carbat zur Titration von Quecksilber 119
Carbonsäuren, Nachweis 452; Bestimmung 294; Papierchromatographie gesättigter aliphatischer Monocarbonsäuren 453
Carbonylgruppen, Mikrobestimmung 451
Carboxymethylcellulose, Bestimmung von Glykolat 73
Carcinoidmetastasen, Bestimmung von 5-Hydroxytryptamin 45
Carnotite, Bestimmung von Uran nach Abtrennung von anderen Metallen 396
Carvacol, Bestimmung 398
Casein, Nachweis in Lebensmitteln 133
Cellulose, Analyse intakter und geschädigter Cellulose 216; Bestimmung im Holzstoff 217
Cellulosederivate, Analyse 216
Cer, Zersetzung von Chelaten 441; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Nachweis im Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442; mit Thiosalzen 372; Bestimmung im Whisky 463; in Wismutlegierungen 386; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Cer(III), Verhalten bei der Extraktion 356; Störung bei der Kobaltbestimmung 367
Cer(IV), Bestimmung neben Dichromat, Vanadat und anderen oxydierenden Anionen 441
Cerimetrie, Notizen 241
Chelatkomplexe, Stabilität 363
Chelatometrie, Verwendung von Fast Grey RA als Indicator 370
Chemie in Theorie und Praxis (Schäfer) 434 [L]
Chemie, Vorlesungen über anorganische Experimentalchemie (Thilo) 434 [L]
Chemiebetriebe, Energieversorgung (Quack) 298 [L]
Chemikalien, elektrophoretische Analyse 224
Chemische Bestimmungsmethoden von Steroidhormonen in Körperflüssigkeiten (Zimmermann) 316 [L]
Chinaldin, Farbreaktion 292
Chinaldinsäure zur Bestimmung und Trennung von Palladium 104, 179, 181
Chinalizarin, Farbreaktion mit Indium 443
Chinin, Titration 195
Chinolin, Farbreaktion 292; polarographische Untersuchung von Derivaten 461
Chinosol, Bestimmung 398
Chlor, Bestimmung in organischen Substanzen 284, 377; in organischen Substanzen mit hohem Chlorgehalt 283; Erfassung kleiner Mengen Chlor aus Rückständen von Pflanzenschutzmitteln 75
Chloralhydrazin, Bestimmung 450
Chloramphenicolcinnamat, Bestimmung 227
Chlorbenside, Analyse 220
o-Chlorbenzalsemicarbazon, Bestimmung 450
p-Chlorbenzoesäure, R_f-Wert von Derivaten 452
p-Chlorbenzyl-p-chlorphenylsulfid, Analyse 220
p-Chlorbenzyl-p-fluorphenylsulfid, Analyse 220
1-Chlor-2,4-dinitrobenzol, Bestimmung von m-Dinitrobenzol in Gemischen 292
Chlorgrün, R_f-Wert 219
Chlorid, Bestimmung 19, 446; nach Mohr 128; Bestimmung neben Jodid und Bromid 128; Bestimmung in Natriumhydroxydlösungen 313
Chlorion, Bestimmung 201
p-Chlor-m-kresol, Bestimmung 398
Chloroform, colorimetrische Bestimmung in Tetrachlorkohlenstoff 207
3-Chlorooxocampher, Bestimmung 231
3-Chloro-8-oxocampher, Halbstufenpotentiale 232
p-Chlorphenol, Bestimmung 398
Chlorpikrin, Bestimmung in der Luft 55
Cholesterin, Bestimmung in Blut 154; im Serum 79
Cholin, maßanalytische Bestimmung 455
Chrom, Oxydation von dreiwertigem zu sechswertigem Chrom mit Perchlorsäure 126; Infrarotspektrum des

Oxinats 365; Bestimmung mit Variaminblau B 366; Bestimmung in Reinaluminium 384; Nachweis und Bestimmung in Aluminiumlegierungen 62; Bestimmung in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Chrom(III), Verhalten bei der Extraktion 356; Trennung von Titan(IV) durch Ionenaustauschchromatographie 121
Chrom(VI), Verhalten bei der Extraktion 356; Stannometrische Bestimmung mit neuen Indicatoren 368
Chrom(III)-ion, Titration in Chromsäurelösungen 432
Chromsäurelösungen, Titration von Chrom(III)-ion 432
Cinchonin, Bestimmung 225
Citrat, jodometrische Kupferbestimmung neben Citrat 435
Citronenöl, Identifizierung der Terpene 460
Citronensäure, Nachweis in Lebensmitteln 133; Titration in Getränken 461
Citronensaft, Bestimmung der Säuren 461
Citrusfrüchte, Bestimmung von o-Phenylphenol 222
Cocain, Bestimmung 236
Codein, Bestimmung 236; R_f-Wert 237, 238; Trennung von Morphin 237
Colorimetrische Analyse (Lange) 42 [L]
Complexometric Titrations (Schwarzenbach) 193
Contamination, Vermeidung der Contamination von radioaktiven Präparaten 363
Coulometer, Anwendung des Relaxationscoulometers 196
Crackgase, gaschromatographische Untersuchung 194
Creme, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Crotonsäure, Bestimmung 47
Cryptopin, R_f-Wert 237
Cyanbanden, Auslöschung bei der Spektralanalyse von Lösungen 43
Cyan-Methämoglobinlösungen, Herstellung 155
Cyanoferrat(III), stannometrische Bestimmung mit neuen Redoxindicatoren 368
Cyanokomplexe, Bestimmung von Metallen, die Cyanokomplexe bilden, über Bromcyan 439
Cyanwasserstoff, Bestimmung in Tabun 76
Cyclobarbital, Nachweis 226
Cyclohexan-1,2-diol, Bestimmung 289
Cycloparaffine, Bestimmung 449
2,3-Cyclopenteno-6-methylpyridin, Bestimmung in Xylidinfraktionen 213
Cysteinylglycin, Abtrennung 151
Cytosin, Bestimmung 317

Dead stop-Methode in der pharmazeutischen Analyse 224
Decalin-Tetralingemische, gaschromatographische Analyse 191
n-Decylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Desacetyllanatosid, R_f-Wert 233
Desinfektionssalz, Bestimmung von o-Phenylphenol 221
Desoxyribonucleinsäuren, Chromatographie 317
Destillationsapparatur, leistungsfähige Destillationsapparatur 374
Destillationskolonnen, verbesserte Verschlußklappe und Aufnahmeapparat 374
Detektoren in der Gaschromatographie 194
Determination of Organic Compounds (Stone) 277 [L]
Deuteriumoxyd, Bestimmung in Wasser 56
Diacetoxyanthrachinon, R_f-Wert 53
3,5-Diacetylamino-2,4,6-trijodbenzoesäure, Nachweis 225
Diacetylreaktion zur Bestimmung von Kreatin in Harn 150
Diäthylamin, Bestimmung des Hydrochlorids 47
Diäthylaminoäthylchlorid, Bestimmung 47
N-(2-Diäthylaminoäthyl)-phenothiazin, Bestimmung 229
Diäthyldichlorsilan, Bestimmung in der Luft 299
Diäthyl-p-phenylendiamin, Bestimmung 285
Dialkyl-p-Bromphenacylsulfoniumverbindungen, Bestimmung 287
Diallylbarbitursäure, Bestimmung 46
Diaminoanthrachinon, R_f-Wert 53
4,4′-Diamino-2,2′-dipyridin zur Bestimmung von Eisen(II) und Kupfer(I) 199
Diaminoglyoxim, Dissoziationskonstanten und Löslichkeit in Wasser 366
Dianhydro-Gitoxigenin, R_f-Wert 233
o-Dianisidinmolybdat zur Bestimmung von Phosphat 446
Diazoblau-Reaktion zur Bestimmung von Bilirubin im Serum 157

Dibenzylaminoäthylchlorid, Bestimmung des Hydrochlorids 47
Dibrombernsteinsäure, kinetische Analyse von D, L- und meso-Dibrombernsteinsäure 51
5,7-Dibromoxin, Zersetzung der Chelate mit Seltenen Erden 441
Dibutyl-hydroxy-toluol, Bestimmung in Fetten 137
3,3′-Di-(N-carboxymethylaminomethyl)-thymolsulfophthalein als Metallindicator 369
5,7-Dichloroxin, Zersetzung der Chelate mit Seltenen Erden 441
Dichromat, Bestimmung von Cer(IV) neben Dichromat 441
Digitalinum verum, R_f-Wert 233
Digitalisblätter, Wertbestimmung 233
Digitalisdrogen, Trennung der herzwirksamen Glykoside 233
Digitalisglykoside, papierchromatographische Untersuchung 232
Digitoxigenin, R_f-Wert 233
Digitoxin, R_f-Wert 233
Digoxigenin, R_f-Wert 233
Digoxin, R_f-Wert 233
5,7-Dihalogen-8-hydroxychinolinverbindungen, Zersetzung der Chelate mit den Seltenen Erden 441
Dihydrocodeinonbitartrat, R_f-Wert 238
Dihydromorphinonhydrochlorid, R_f-Wert 238
Dihydrostreptomycin, Bestimmung 230
Dihydroxyanthrachinon, R_f-Wert 53
Dihydroxyanthron, R_f-Wert 53
1,5-Dihydroxy-4,8-diaminoanthrachinon, R_f-Wert 53
1,8-Dihydroxy-3-methylanthrachinon, R_f-Wert 53
Dihydroxynaphthalinsulfonsäuren, papierchromatographisches Verhalten 293
1,2-Dihydroxy-4-nitroanthrachinon, R_f-Wert 53
1,6-Dijod-2-hydroxy-3-naphthoesäure als analytisches Reagens 367
5,7-Dijodoxin, Zersetzung der Chelate mit Seltenen Erden 441
3,5-Dijod-4-pyridon-N-essigsäure, Nachweis 225
Dimethoxyanthrachinon, R_f-Wert 53
2,3-Dimethoxybenzaldehyd, R_f-Wert 139
p-Dimethylaminobenzaldehyd zum Tüpfelnachweis von p-Nitranilin 457
p-Dimethylaminobenzaldehyd und N-Äthyl-N-2-hydroxyläthylanilin, Reagentien zum Nachweis von Phosgen 75
Dimethyldichlorsilan, Bestimmung in der Luft 299
Dimethylglyoximlösungen zur amperometrischen Titration des Palladiums 131
2,4-Dimethyl-8-hydroxychinazolin, Stabilität von Metallkomplexen 363
α-Dimethylpiperazin, Nachweis 53
m-Dinitrobenzol, polarographische Bestimmung in Mischungen 292
4,6-Dinitro-2-hydroxy-3-naphthoesäure, analytisches Reagens 367
2,4-Dinitrophenylhydrazin, zur Bestimmung der Carbonylgruppen 451
Dionin, R_f-Wert 238
Diparcol, Bestimmung 225, 229
Diphenylamin, Bestimmung von 4-Aminodiphenyl 208
Diphenylcarbazid, Farbreagens auf Antimon 123
4,4′-Diphenyl-2,2′-dipyridin zur Bestimmung von Eisen(II) und Kupfer(I) 199
Diphenylthioharnstoff, Bestimmungsmethode 52
Diphosphat, Bestimmung 314
Dithizonverfahren, Entwicklung 201
n-Dodecylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Dodecyl-di-(aminoäthyl)-glycinhydrochlorid, Bestimmung von Nitrofurazon 400
Dolantin, Bestimmung 236
Doppelbindungen, Bestimmung in Butylkautschuk 74
Drogen, elektrophoretische Analyse 224
Duraluminium, Bestimmung von Mangan 305

E 605, Nachweis in Organextrakten 147
Echtgrau RA als Indicator in der Chelatometrie 370
Echtsäureviolett, R_f-Wert 219
Einführung in die Ultrarotspektroskopie (Brügel) 193 [L]
Eis, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Eisen, p_H-Bereich der Fällung 253; Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Röntgen-Fluorescenz-Spektralanalyse 388; Bestimmung 130; mit Hilfe von Wasserstoffperoxyd und Äthylendiamintetraacetat 130; mit Dithizon 201; Bestimmung in gefärbten Lösungen 225; Abtrennung bei komplexometrischen Titrationen 370; Abtrennung des Berylliums 307; Trennung von Platin, Palladium, Rhodium und Iridium 117; Bestimmung in Rot- und

Weißweinen 461; in Kupfer 60; in Kupferlegierungen 384; Nachweis und Bestimmung in Aluminiumlegierungen 62; Anreicherung und Bestimmung in Indium 112, 113; Bestimmung von Spuren in Wismut 65; Bestimmung in Wolfram 304; in Silicaten 393; selektive Abtrennung bei der Spurenanreicherung in Ackerböden 354; Bestimmung in Glas 313; neben Si, Al, Ti und P in Brennstoffaschen 210; Bestimmung in Alkaliverbindungen 397; in Blättern 209; in Plasma oder Serum 144; der Eisenbindungsfähigkeit des Serums 144; Störungen der mit Ferroin indizierten Titration mit Cer(IV) in Gegenwart von Flußsäure 241; Einfluß auf die Siliciumbestimmung 443; auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Zinn und Antimon 69; von Blei als Bleidioxyd 70; von Vanadium 71; von Schwefel 391

Eisen(II), Bestimmung mit Hilfe von 2,2′-Dipyridinen 199; Bestimmung in Gegenwart von niederwertigem Titan 121; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Bestimmung von niederwertigem Titan neben Eisen(II) 121

Eisen(III), Bestimmung mit neuen Redoxindicatoren 368; komplexometrische Bestimmung 370; Störung bei der Kobaltbestimmung 367

Eisenanthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161

Eisencarbid, Bestimmung in Eisen und Stahl 389

Eisen(III)-chloridlösung zur Schnellbestimmung von Hydrochinon 457

Eisenerze, Bestimmung von Rhenium 130

Eisenlegierungen, Bestimmung von Titan 390

Eisenmetalle, Verbesserung der maßanalytischen Borbestimmung 68

Eisenperchlorat zum Nachweis von Aminosäureestern 50

Eiweißstoffe, Trennung in der Rattenleber 152; Bestimmung der Feuchtigkeit 133

Elektroden, Zinkphosphatelektrode in der potentiometrischen Analyse 196

Elektrolyse, Anwendung eines Mikroelektrolysators 374

Elektrolysenapparatur für polarographische Reihenuntersuchungen 198

Elementaranalyse, Bewertung der Methoden der organischen Mikroelementaranalyse 278; Verwendung von Kobalt(II,III)-oxyd als Verbrennungskatalysator 281; rasche Bestimmung von Kohlenstoff-14 375; Abtrennung von ^{14}Kohlenstoff als Bariumcarbonat 375; Ultramikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 279; Bestimmung von C, H, Si und S in schwefelhaltigen siliciumorganischen Verbindungen 281; Mikronachweis von Kohlenstoff und Stickstoff 376; Bestimmung von Stickstoff 376; nach Dumas 377; von Phosphor in organischen Substanzen 282; von Antimon in organischen Substanzen 282; von Sauerstoff 377; von Schwefel in organischen Substanzen 283; von Schwefel und Chlor 377; von Chlor in organischen Substanzen mit hohem Chlorgehalt 283; von Chlor und Brom in organischen Substanzen 284; Ultramikronachweis von Jod in organischem und anorganischem Material 87

Emetin, Bestimmung 236

Energieversorgung von Chemiebetrieben (Quack) 298 [L]

Enzymatische Hydrolysate, Bestimmung von phenolischen Glykosiden 234

Eosin, Indicator bei der fällungsmaßanalytischen Bestimmung von Halogeniden 200

Erdgas, Bestimmung von Helium und Wasserstoff 380

Erdnußöl, Untersuchung 136

Erdöl, Analyse deutscher Rohöle 214

Erdöldestillate, Bestimmung von n-Paraffinen 214; von n-Paraffinen und n-Olefinen 215

Erze, Bestimmung von Scandium 309; von Titan 390; von Vanadium 309; von Wolfram 396; von Uran 311; von Uran mit Oxin nach vorhergehender Abtrennung anderer Metalle 395; von Kobalt 392

Essigsäure, R_f-Wert von Derivaten 452; Bestimmung von Wasser 206; von Essigsäureanhydrid in Mischungen 289

Essigsäureanhydrid zur Titration von Wasser 206; Bestimmung in Mischungen mit Essigsäure 289

Eugenol, Nachweis 227

Europium, Abtrennung von den anderen Seltenen Erden 442

Experimentalchemie, Vorlesungen (Thilo) 434 [L]

Extrakt, Bestimmung in Süßmosten 133

Fällungsaustauschreaktionen, Anwendungen 16; zur Bestimmung von Aziden, Halogenen und Sulfat nebeneinander 445
Farbdefektoskopie bei Stählen 72
Farben, Säurezahl des aus Malerfarben extrahierten Leinöls 219
Farbstoffe, quantitative Bestimmung 218; chromatographische Trennung der zugelassenen Nahrungsmittelfarbstoffe 140
Fast Grey RA als Metallindicator 370
Ferrohämoglobinlöslichkeit, Bestimmung 156
Ferromolybdän, Schnellbestimmung von Molybdän 304
Ferrovanadin, permanganometrische Bestimmung von Vanadium 72
Festigkeit der Butter, Bestimmung 136
Feststoffe, Bestimmung im Braunkohlenteer 212
Fette, UV-Spektrophotometrie zur Qualitätsprüfung von Nahrungsfetten 137; Untersuchung des Ranzigwerdens 202
Fetterzeugnisse, Bestimmung der Feuchtigkeit 133
Fettfreie Trockenmasse, Bestimmung in Butter 136
Fettgehalt, Bestimmung in Butter 136
Fettsäureamide, Überblick über die Bestimmungsverfahren 50
Fettsäuren, Trennung höherer Fettsäuren von ihren Glyceriden 48; papierchromatische Trennung natürlicher Fettsäuren 135
Feuchtigkeit, Bestimmung durch Infrarottrocknung in der Lebensmittelanalytik 133; siehe auch Wasser
Filtrationsapparatur für die organische Analyse 375
Fischprodukte, Bestimmung der Feuchtigkeit 133
Flavonglucoarabinosid, Analyse 234
Flavonglykoside, Untersuchung durch Gegenstromverteilung 234
Fleisch, Bestimmung von Ammoniak und Aminen 138
Fleischprodukte, Bestimmung der Feuchtigkeit 133
Flüchtige Phenole, Bestimmung in Teerdestillaten 213
Fluor, Bestimmung durch Destillation der Kieselfluorwasserstoffsäure 127; Apparatur zum Abdestillieren von Kieselfluorwasserstoffsäure 127; Bestimmung von Spuren in der Luft 379; Bestimmung in Gesteinen 311; im Rinderharn 146
Fluorbenside, Analyse 220
Fluoresceinkomplexon als Metallindicator 200
Fluorescenz-Spektralanalyse von Stahl und Eisen 388
Fluorid, Trennung als Silbersalz von Phosphat 447; Nachweis in Calciumphosphat 308; Einfluß auf die Uranbestimmung 96
Folsäure, Bestimmung und Trennung von ihren Derivaten 142
Forensisches Material, Bestimmung von Pervitin 320
Formaldehyd, Bestimmung 288; in Formalinseife 225
Formalinseife, Bestimmung von Formaldehyd 225
Formoltitration zur Bestimmung von Magermilchpulver in Brot 464
Fowlersche Lösung, Bestimmung von Arsen und Antimon 225
Fremdmetalle, Bestimmung in Wolfram durch Aktivierungsanalyse 304
Frischei, Nachweis 132/133
Fruchtsäfte, Bestimmung von Methanol in äthanolhaltigen Fruchtsäften 134; der Säuren 461
Fructose, Farbreaktion 291, 414; Bestimmung 290, 414
Fungicid o-Phenylphenol, Bestimmung 221
β-Furfuraldoxim zur amperometrischen Titration des Palladiums 131
Furfurol, colorimetrische Bestimmung 324, 328
α-Furyldioximlösung zur amperometrischen Titration des Palladiums 131
Futtermittel, Schnellbestimmung von Stickstoff 205

Galaktosamin, Bestimmung von Talosamin neben Galaktosamin 291
Galaktose, Farbreaktion 291; Bestimmung 414
Gallate, Bestimmung in Fetten 137
Gallein, Farbreaktion mit Indium 443; zum Nachweis von Antimon 123
Gallium, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Nachweis mit Thiosalzen 372; elektrolytische Bestimmung 442; Bestimmung in Kohlenaschen 210
Gallocyanin, Farbreaktion mit Indium 443
Galvanische Salze, chelatometrische Untersuchung 314
Gasadsorptionsuntersuchungen, Mikrowaage 204

Gaschromatographie, präparative Möglichkeiten und Trennung von Gasgemischen 195; reproduzierbare Einführung kleiner Mengen von flüssigen Analysensubstanzen 44; Einfluß der Feuchtigkeit des Silicagels auf die Trennmöglichkeiten 43; Anwendungen und Geräte 194
Gasdichtebestimmungen, Mikrowaage 204
Gase, Einfluß der Feuchtigkeit von Silicagel auf die chromatographische Trennung 43; chromatographische Vorfraktionierung von komplizierten Gemischen mit Hilfe der Gaschromatographie 195; Bestimmung in Metallen 301; Untersuchung der Respirationsgase von Tieren 319; Apparat zur Mikroanalyse inerter Gase 204
Gasgemische, Bestimmung von Ammoniak 379
Gefügebestandteile, Identifizierung in Stählen und Gußeisen 388
Gerbstoffe, Trennung der Aglucone 77
Germanium, Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung als Molybdänblau 446; Bestimmung in Mineralien und Konzentraten 395; in Kohlenaschen 210; röntgenspektrometrische Bestimmung in Kohle und Kohleaschen 211
Geschützmetalle, Bestimmung von Zinn 302
Gesteine, Bestimmung von Rubidium und Caesium 394; von Bor durch Neutronenaktivierung 308; von Fluor 311
Getränke, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Getreide, Bestimmung der Phosphorsäure 137
Gewebsextrakte, Bestimmung von Phosphorsäureestern als Molybdänblau 449; von 5-Hydroxytryptamin 45
Gitoxigenin, R_f-Wert 233
Gitoxin, R_f-Wert 233
Glas, Bestimmung von Eisen 313
Glimmermineralien, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Glucosamin, Bestimmung 153; von Talosamin neben Glucosamin 291
Glucose, Farbreaktion 291
Glucuronsäure, Farbreaktion 291
Glutamin, Infrarotspektrum 148; Abtrennung 454
Glutamin-Oxalessigsäuretransaminase, Bestimmung in Blutserum 320
Glutaminsäure, Infrarotspektrum 148; Bestimmung 416; Abtrennung 151, 454
Glutathion, elektrophoretische Trennung von Derivaten 151
Glyceride, Trennung von höheren Fettsäuren 48
Glycinthymolblau als Metallindicator 369
Glykokoll, Infrarotspektrum 148; Bestimmung 416
Glykolat, Bestimmung in roher Carboxymethylcellulose 73
Glykole, Bestimmung von vicinalen Glykolen 289
Glykoside, Bestimmung phenolischer Glykoside 234; Trennung herzwirksamer Glykoside von Digitalisdrogen 233
Glyoxylsäure, Bestimmung 288
Gold, Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung 436; mit Dithizon 201; radiochemische Bestimmung in Seewasser 56
Grenzflächenerscheinungen, Anwendungen in der chemischen Analyse 202
Grubengas, Untersuchung mit Interferometern 380; verunreinigte Proberöhre als Fehlerquelle bei der Analyse 380
Grubengas-Interferometer, Einsatzmöglichkeiten 380
Grubenwetter, Untersuchung mit Interferometer von Zeiss 380
Guajacol, Bestimmung 398
Guanin, Bestimmung 160, 317
Gußeisen, Identifizierung der Gefügebestandteile 388; Analyse von Rückständen 304

Hämatoxylin zum Nachweis von Antimon(III) 123
Hämoglobin, Bestimmung 155; photometrische Bestimmung 79; Trennung und Bestimmung von 8 menschlichen Hämoglobinen 156
Halbmikroanalyse organischer Substanzen in makroanalytischer Apparatur 278
Halloysit, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Halogenanthrachinon, Bestimmung 297
α-Halogen-cyclopentanone, Infrarotanalyse 460
Halogene, Bestimmung neben anderen Stoffen 445
Halogenide, fällungsmaßanalytische Bestimmung mit Silberion und Eosin als Indicator 200

Handbuch der mikrochemischen Methoden (Hecht-Zacherl) 46 [L]
Harn, Bestimmung von Fluor in Rinderharn 146; des freien und gebundenen Novocains 148; Identifizierung der Purinbasen 159; halbquantitative Bestimmung der Purine 159; Bestimmung von Kreatin 150; von Adrenalin und Noradrenalin 154
Harnsäure, Bestimmung im Blut 158; in Plasma und Serum 158
Harnstoff, Bestimmung in flüchtigen Rostschutzmitteln 315
Harz, Bestimmung in Braunkohlenteer 212
Helianthron, Bestimmung 297
Helium, Bestimmung in Erdgas 380
Heptobarbital, Nachweis 226
n-Heptylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Heroin, R_f-Wert 238
Herzglykoside, papierchromatographische Untersuchung 232
Heterocyclen, Infrarotspektren stickstoffhaltiger Heterocyclen 287; Polarographie N-haltiger heterocyclischer Verbindungen 461
Hexacyanoferrat(III), Reaktion mit Quecksilber(I) 120
2,4-Hexadienylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
3-Hexenylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Hexobarbital, Nachweis 226
Hexosamine, Bestimmung 456
Hexosen, Unterscheidung von Pentosen 290
n-Hexylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Histidin, Infrarotspektrum 148; Abtrennung 149
Hochfrequenztitrationen mit doppelt abgestimmtem Stromkreis 198
Hochtemperaturlegierungen, Bestimmung von Bor 69
Holzimprägnierungslösungen, Bestimmung von Zink 216
Holzstoff, Bestimmung von Cellulose und Pentosanen 217
Homöopathische Präparate, Bestimmung von Alkaloiden 236
Honig, Nachweis von Invertzucker 464
Hormone, Bestimmung der Schilddrüsen-Hormone 154; Trennung und Bestimmung der oestrogenen Hormone 155
Hydrastin, Bestimmung und Reinheitsprüfung 236
Hydrastinin, Bestimmung 236
Hydrastisalkaloide, Trennung 236
Hydrazin, bromatometrische Bestimmung 38
Hydrazinderivate, Bestimmung organischer Hydrazinderivate 450
Hydrazobenzol, Abtrennung 295
1,1'-Hydrazonaphthalin, Abtrennung 295
Hydrazotoluole, Trennung 295
o-Hydrobenzalsemicarbazon, Bestimmung 450
Hydrochinon, Schnellbestimmung mit Eisen(III)-chloridlösung 457
Hydroxamsäure, Nachweis 448
o-Hydroxyacetophenon, Fluorescenzreaktion 459
1-Hydroxy-4-aminoanthrachinon, R_f-Wert 53
Hydroxyanthrachinon, Bestimmung 297; R_f-Wert 53
Hydroxyanthron, R_f-Wert 53
Hydroxyazofarbstoffe, Bestimmung der o- und p-Isomeren 458
p-Hydroxybenzaldehyd, R_f-Wert 139
p-Hydroxybenzoesäure, Bestimmung 398
8-Hydroxychinazolin, Stabilität von Metallkomplexen 363
Hydroxychinolin, Bestimmung 398
8-Hydroxychinolin, Thermostabilität 202
o-Hydroxychinolin zur amperometrischen Titration des Palladiums 131
Hydroxylaminmethode zur Bestimmung von Methylvinylketon 451
1-Hydroxy-2-methoxyanthrachinon R_f-Wert 53
1-Hydroxy-2-methoxyanthron, R_f-Wert 53
1-Hydroxy-2-methylanthrachinon R_f-Wert 53
3-Hydroxymethyl-1,8-dioxyanthrachinon, Bestimmung 228
Hydroxymethylfurfurol, R_f-Wert 139
8-Hydroxy-7-methylguanin, Bestimmung 160
2-Hydroxy-3-naphthoesäure, analytisches Reagens 367
2-Hydroxy-3-naphthoesäure und ihre Derivate als analytische Reagentien 367
1-Hydroxy-4-nitroanthrachinon, R_f-Wert 53
12-Hydroxystearinsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Hydroxystearinsäuren, papierchromatographische Bestimmung 49
5-Hydroxytryptamin, Abtrennung aus Gewebsextrakten 45

Hydrozimtsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Hyperosid, Analyse 234
Hypoxanthin, Bestimmung 160

Ilmenit, Schnellanalyse 72
Indicatoren, radioaktive Indicatoren in der Analyse 362; Resazurinäthyläther und Resorufinäthyläther als Redoxindicatoren 368; Methylthymolblau als Metallindicator 368; Fast Grey RA als Indicator bei ÄDTA-Titrationen 370; Glycinthymolblau als Metallindicator 369; Zincon bei der Zinkbestimmung 372
Indium, Verhalten bei der Extraktion 356; Farbreaktionen mit verschiedenen Reagentien 443; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung mit Dithizon 201; Bestimmung in Kohlenaschen 210; polarographische Bestimmung der Verunreinigungen in reinstem Indium 108; Bestimmung verschiedener Metalle 112/113
Indol, polarographische Untersuchung von Derivaten 461
Indophenolreagens auf Phospholipoide und andere Lipoperoxyde 207
Infrarotanalyse, Wiederverwendung von AgCl-Fenstern 43
Injektionslösungen, Bestimmung von Morphin 239
Insekten, Lockstoffanalysator 319
Interferometer, Einsatzmöglichkeiten des Grubengasinterferometers von Zeiss 380
Introduction to Modern Organic Analysis (Siggia-Stolten) 276 [L]
Invertzucker, Nachweis im Honig 464
Ionenaustausch zur Analyse von Silicaten 393
Iridium, Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung mit neuen Redoxindicatoren 368; Trennung von Kupfer, Nickel, Eisen und Blei 117; Abtrennung des Rhodiums 132
5-Isoamyl-5-äthylbarbitursäure, Identifizierung 399
Isobuttersäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Isocapronsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Isochinolin, Farbreaktion 292; polarographische Untersuchung von Derivaten 461
Isoeugenol, Nachweis 227
Isoketopinsäure, polarographische Bestimmung 231
Isoönanthsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Isopropyl-methyl-phosphonofluoridat, Bestimmung 221
Isoquercitrin, Analyse 234
Isotopenverdünnungsmethode in der Analyse 362
Isovaleriansäure, R_f-Wert von Derivaten 452

Jod, elektrolytisch erzeugtes Jod zur Bestimmung von Thiosulfat 125; Empfindlichkeit des Magnesiumnachweises mit Jod 118; Ultramikronachweis in organischem und anorganischem Material 87; Mikrobestimmung durch colorimetrische Titration mit Thiosulfat 125; Nachweis in Wässern 89
Jodid, Verteilung von Polyjodiden zwischen wäßrigen Lösungen und organischen Lösungsmitteln 128; Bestimmung 446; neben Bromid und Chlorid 128; in Jodtinktur 225
Jodmonochloridmethode zur Bestimmung von Hydrazinderivaten 450
Jodtinktur, Bestimmung von Jodid 225
Joghurt, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Johannisbeeren, Untersuchung des Süßmostes aus schwarzen Johannisbeeren 133
Johannisbeersüßmost, Bestimmung der Säuren 461

Käse, Bestimmung von Natrium, Kalium und Calcium 137
Kalium, Infrarotspektrum des Oxinats 365; volumetrische Bestimmung mit Natriumtetraphenyloborat 434; Bestimmung in Milch und Käse 137; in Silicaten 393; in tierischem Gewebe 143
Kaliumbromatmaßlösung zur Bestimmung von Hydrazin 38
Kaliumchromat, Thermostabilität 202
Kaliumhexacyanoferrat(III), Reaktion mit Quecksilber(I) 120
Kaliumhydrogenjodat, Thermostabilität 202
Kaliummetaperjodat, Thermostabilität 202
Kaliumthiocyanat, Thermostabilität 202
Kaliumwismutjodid, zur Bestimmung von ε-Caprolactam 74
Kaliumxanthogenat, Nachweis 294

Kaolinit, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Kaptax, Bestimmung von Mercaptobenzthiazol 218
Karl Fischer-Titrationen zur Wasserbestimmung 373
Katalasewert, Bestimmung in der Butter 136
Kationen, Mitfällung mit Sulfiden 371
Keimgehalt, Bestimmung in Butter 136
Kernobst, Bestimmung der Säuren in Preßsäften 461
Ketone, Papierionophorese 47
Ketopinsäure, polarographische Bestimmung 231
Kieselfluorwasserstoffsäure, Apparatur zur Destillation 127
Kieselsäure, photometrische Bestimmung 1
Kirschsüßmost, Bestimmung von Säuren 461
Kobalt, Verhalten bei der Extraktion 356; Stabilität des Anthranilats 364; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Bestimmung 267; mit Dithizon 201; gravimetrische Bestimmung 367; Bestimmung in Stahl und Erzen 392; in Kobalt-Platinlegierungen 392; in Kohlenaschen 210; von Zusätzen in Mineralgemischen für die Tierernährung 222; Einfluß auf die Uran-Bestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Kobaltanthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161
Kobaltchelat, Stabilität 363
Kobaltdithizonat, radiometrische Untersuchung 202
Kobalt-α-nitroso-β-naphtholat, radiometrische Untersuchung 202
Kobalt(II,III)-oxyd als Verbrennungskatalysator in der Elementaranalyse 281
Kobalt-Platinlegierungen, Bestimmung von Kobalt 392
Kochsalz, Bestimmung von Kupferspuren 138
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Alkaloiden 236
Kohle, Bestimmung von Germanium 211
Kohlenaschen, spektrographische Bestimmung von Spurenelementen 210; Bestimmung von Germanium 211; von Uran 92
Kohlenhydrate, Bestimmung des bei der Oxydation verbrauchten Perjodats 290
Kohlenlager, Beurteilung der geochemischen Verhältnisse ungarischer Kohlenlager 210
Kohlenmonoxyd, Bestimmung in der Luft 345
Kohlenstoff, Mikronachweis 376; jodometrische Mikrobestimmung 279; Bestimmung mit Squalan als Standard 368; Abtrennung von ^{14}C mit Bariumcarbonat 375; Bestimmung in Brom 73; neben H, Si und S in schwefelhaltigen siliciumorganischen Verbindungen 281; in biologischem Material 143
Kohlenstoff-14, rasche Bestimmung sowie Abtrennung als $BaCO_3$ in organischem Material 375
Kohlenstoffverbindungen, Anti-Composition Tables for Carbon Compounds (Hatt, Pearcey, Szumer) 277 [L]
Kohlenwasserstoffe, gaschromatographische Analyse 449
Kohlenwasserstofffraktionen, Entfernung von elementarem Schwefel 214
Kohlenwasserstofföle, Untersuchung der Oxydation 202
Kohlenwasserstoffpolymere, Strukturanalyse 217
Kokosöl, Untersuchung 136
Kolorimetrische Analyse (Lange) 42 [L]
Komplexometrie (Schwarzenbach) 193 [L]
Konduktometrie, Vervollkommnung und Vereinfachung der Durchführung 195
Konduktometrische Hochfrequenztitrationen mit doppelt abgestimmtem Stromkreis 198
Kontrastmittel, Nachweis wasserlöslicher jodhaltiger Kontrastmittel 225
Konzentrate, Bestimmung von Calcium- und Zinkadditiven 215; von Germanium 395; von Molybdän 310
Kreatin, Bestimmung im Harn 150
Kresole, Identifizierung 51; Bestimmung 398; Trennung der Homologen 456
Kürbisöl, Untersuchung 136
Kulturflüssigkeiten, Isolierung von Streptomycin 230; Bestimmung von Streptomycin und Mannosidostreptomycin 230
Kupfer, p_H-Bereich der Fällung 253; Verhalten bei der Extraktion 356; Stabilität des Anthranilates 364; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Anreicherung in Reinstindium 112;

Bestimmung 267; polarographische Bestimmung 197; Titration mit Triäthylentetramin 372; jodometrische Bestimmung in Anwesenheit von Citrat 435; Bestimmung als Cyanokomplex über Bromcyan 439; Bestimmung mit Bismuthiol II 81; mit Fluoresceinkomplexon 200; mit Dithizon 201; mit Bis-cyclohexanonoxalyldihydrazon 435; mit Glycinthymolblau als Indicator 369; papierchromatographische Trennung verschiedener Wertigkeitsstufen von Kupfer 116; jodometrische Bestimmung neben Zink 436; Trennung von Platin, Palladium, Rhodium und Iridium 117; Bestimmung im Wein 134; in Rot- und Weißweinen 461; in Zinkspritzgußlegierungen 384; Nachweis und Bestimmung in Aluminiumlegierungen 62; Bestimmung in Indium 112; in Zinnlegierungen 302; in Wolfram 304; von Spuren in Kochsalz 138; Bestimmung in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Siliciumbestimmung 443; auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103; Bestimmung von Wismut und Antimon 383; von Fe, Ni und Pb in Blister- und Raffinadekupfer 60; von viel Palladium neben wenig Kupfer 131
Kupfer(I), Bestimmung mit Hilfe von 2,2′-Dipyridinen 199
Kupfer-N-alkylsalicylaldimin-Chelate, Kristalldaten 203
Kupferanthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendung 161
Kupferbäder, chelatometrische Untersuchung 313
Kupferchelat, Stabilität 363
Kupferlegierungen, Bestimmung verschiedener Elemente 384; von Silber 58; von Aluminium 59; von Zinn 302; von Titan 59; von Phosphor 70
Kupfernitrat, Thermolysekurve 204
Kupfersulfat, thermische Zersetzung 364

Laboratorium, Torsionswaage für das chemische Laboratorium 373
Lactose, Bestimmung 414
Lanatoside, R_f-Wert 233
Lanthan, Infrarotspektrum des Oxinats 365; Zersetzung von Chelaten 441
Laurinsäure, Abtrennung 135; R_f-Wert von Derivaten 452
Lebensmittel, Schnellbestimmung von Stickstoff 205; Bestimmung der Feuchtigkeit durch Infrarottrocknung 133; von Vanillin und Äthylvanillin 139; Trennung der zugelassenen Farbstoffe 140
Lebensmittelkontrolle, papierchromatographische Verfahren 132; Beurteilung der Süßmoste 133
Leber, Bestimmung von Blut 156; Trennung der Eiweißstoffe in Rattenleber 152
Legierungen, Nachweis von Aluminium 302; Bestimmung von Al und Cu in Zinkspritzgußlegierungen 384; von Thalliumspuren 61
Leinöl, Untersuchung 136; Säurezahl des aus Malerfarben extrahierten Leinöls 219
Lepidin, Farbreaktion 292
Lichtgrün SF, R_f-Wert 219
D-Limonen, Identifizierung 460
Linolensäure, Abtrennung 135
Linolsäure, Bestimmung in Sonnenblumenöl 136
Lipoperoxyde, Bestimmung 206
Lipoproteide, Isolierung im Serum 152
Lithium, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Nachweis mit Thiosalzen 372; chromatographische Trennung von Magnesium 116
Lithiumtetraphenyloborat, Pyrolysekurve 203
Lockstoffanalysator für Insekten 319
Lösungen, Bestimmung von Eisen in gefärbten Lösungen 225
Longifene, Bestimmung 398
Lot, Bestimmung von Silber 58
Luft, Bestimmung von Quecksilber 378; von Kohlenmonoxyd 345; von Spuren Fluor 379; von Chlorpikrin 55; von Dämpfen einiger Alkylchlorsilane 299; Spektrometer zur automatischen Bestimmung von Ozon 54
2,6-Lutidin, Bestimmung 53
Lutidine, Farbreaktion 292
Lysin, Abtrennung 149
D-Lysin, Infrarotspektrum 148

Magermilchpulver, Bestimmung in Brot 464
Magnesium, p_H-Bereich der Fällung 253; Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Empfindlichkeit des Nachweises mit Jod 118; Bestimmung 398; mit Hilfe der Zinkphosphatelektrode 196; Abtrennung bei komplexometrischen Titrationen 370; chromatographische Trennung von Lithium 116; Bestimmung neben Calcium 437; Bestim-

mung in Reinaluminium 384; Nachweis und Bestimmung in Aluminiumlegierungen 61, 62; Bestimmung in Titan 64; in Silicaten 393; in Pflanzenaschen und Böden 209; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Magnesiumchelat, Stabilität 363
Magnetit, Schnellanalyse 72
Maiskeimöl, Untersuchung 136
Maisöl, Bestimmung der Gesamttocopherole 142
Malerfarben, Säurezahl des extrahierten Leinöls 219
Malil, Bestimmung 226
Mangan, p_H-Bereich der Fällung 253; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Bestimmung mit Dithizon 201; papierchromatographische Trennung von verschiedenen Wertigkeitsstufen von Mangan 116; Bestimmung im Wein 134; in Wässern 57; in Kupferlegierungen 384; Nachweis und Bestimmung in Aluminiumlegierungen 62; Bestimmung in hochlegierten Stählen und Duraluminium 305; in Silicaten 393; in Kohlenaschen 210; in pflanzlichem Material 77; Einfluß auf die Siliciumbestimmung 443; auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Mangan(II), Verhalten bei der Extraktion 356
Mangananthranilat, Infrarotspektren und analytische Anwendungen 161
Mannosidostreptomycin, Bestimmung in Kulturflüssigkeiten und Halbfabrikaten 230
Massenspektrometrie, Analyse anorganischer Festsubstanzen 363
Maßlösungen, Scheidetrichter zur Herstellung reduzierender Maßlösungen 204
Medulla, Bestimmung in Wolle 220
Meerzwiebelglykoside, Analyse 235
Menschenfett, Untersuchung 136
Mercaptobenzthiazol, Bestimmung in Kaptax und Altax 218
6-Mercaptopurin, Bestimmung 399
Metallanalyse (Zimmermann) 54 [L]
Metallanthranilate, UR-Spektren und ihre analytischen Anwendungen 161
Metalle, Infrarotspektren der Oxinverbindungen 365; Bestimmung von Gasen 301; des eingeschlossenen Wasserstoffs 301; des ferromagnetischen Metallgehaltes in teilweise reduzierten Metalloxyden 312
Metallindicatoren, Methylthymolblau als Metallindicator 368; Glycinthymolblau als Metallindicator 369
Metallionen, Titration mit Triäthylentetramin 372
Metallkationen, polarographische Bestimmung von Spuren 197
Metalloxyde, Bestimmung der ferromagnetischen Metalle in teilweise reduzierten Metalloxyden 312
Metallverbindungen, Extraktion der Metallverbindungen organischer Säuren 201; komplexe Metallverbindungen zur amperometrischen Titration organischer Basen 225
Meteoriten, Bestimmung von Rubidium und Caesium 394
Methämoglobinlösungen, Herstellung von Cyanmethämoglobinlösungen 155
Methan, gaschromatographische Bestimmung 194; Bestimmung in Grubengasen 380
Methanol, Bestimmung neben Äthanol 285; in Äthanol und Branntweinen 135; in äthanolhaltigen Getränken oder Zubereitungen 134
Methionin, Bestimmung 371; polarographische Bestimmung 149
Methoxyanthrachinon, Bestimmung 297; R_f-Wert 53
p-Methoxybenzalsemicarbazon, Bestimmung 450
Methoxyphenole, Identifizierung 51
Methyläthylketonsemicarbazon, Bestimmung 450
Methylamin, Kristalldaten der Chelate 203
1-Methyl-4-amino-N′-phenyl-N′-(2-thenyl)-piperidin, Bestimmung 400
2-Methylbuttersäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Methylgruppen, Nachweis von O- und N-Methylgruppen 448; Halbmikrobestimmung von C-Methylgruppen 454
Methylguanine, Bestimmung 160
Methylhydrazobenzole, Trennung 295
2-Methyl-8-hydroxychinolin, Stabilität von Metallkomplexen 363
1-Methylhypoxanthin, Bestimmung 160
α-Methylnaphthalin, Farbreaktion 292
2-Methyloxinate, Thermolysekurven der Oxinate verschiedener Metalle 364
Methylphenobarbital, Nachweis 226
1-Methyl-4-phenylpiperidin-4-carbonsäureester, Bestimmung des Hydrochlorids 47
6-Methylpicolinsäure, Stabilität von Metallkomplexen 363

4-Methyl-2-thiouracil, Bestimmung 371
Methylthymolblau als Metallindicator 368
Methyltrichlorsilan, Bestimmung in der Luft 299
Methylvinylketon, Bestimmung in Gemischen mit Polymeren 451
Micro and Semimicro Methods (Cheronis) 275 [L]
Mikroanalyse inerter Gase, Apparatur 204
Mikrochemische Methoden, Handbuch (Hecht und Zacherl) 46 [L]
Mikroelektrolysator, Anwendungen 374
Mikroelementaranalyse, statistische Bewertung der Methoden 278
Mikrotitrationen, amperometrische Ultramikrotitrationen 362
Mikrowaage für Gasadsorptionsuntersuchungen und Gasdichtebestimmungen 204
Milch, Bestimmung von Natrium, Kalium und Calcium 137
Milcherzeugnisse, Bestimmung der Feuchtigkeit 133
Milchpulver, Nachweis in Wurstwaren 132
Milchsäure, Bestimmung in Süßmosten 133
D,L-Milchsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Milchzucker, Farbreaktion 291
Mineralgemische für die Tierernährung, Bestimmung von Kobaltzusätzen 222
Mineralien, Bestimmung von Rubidium und Caesium 394; von Scandium 309; von Germanium 395; kleiner Mengen Uran 396
Mineralwasser, Nachweis von Jod 89; siehe auch Wasser
Mitteilungen aus den Forschungslaboratorien der Agfa 298 [L]
Mohnköpfe, Extraktion der Opiumalkaloide 237
Mohnstroh, Extraktion der Opiumalkaloide 237
Molekulargewicht, Bestimmung mit Squalan als Standard 368
Molybdän, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; photometrische Bestimmung als Rhodanidkomplex 126; Bestimmung in Titanlegierungen 303; in Wolfram 304; in Ferromolybdän 304; in Scheeliterzen und Konzentraten 310; in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff 301
Molybdänblau zur Sichtbarmachung von Phosphorsäureestern auf Papierchromatogrammen 449; Bestimmung von Phosphor, Arsen und Germanium als Molybdänblau 446; zur Bestimmung von Arsen 122
Molybdänit, Bestimmung von Rhenium 129
Molybdat zur Bestimmung von Phosphorsäure 446
Monazit, Bestimmung von Thorium und Seltenen Erden 396; von Uran nach Abtrennung 395
Monocarbonsäuren, Papierchromatographie aliphatischer gesättigter Monocarbonsäuren 453
Mononitro-o-toluidine, Identifizierung und Trennung 51
Montmorillonit, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Morin, Bestimmung 398
Morphin, R_f-Wert 237, 238; polarographische Bestimmung in verschiedenen Lösungen 239; Trennung von anderen Alkaloiden 237; Abtrennung aus Opium 238
Morphinderivate, papierchromatographische Trennung 238
Muskel, Analyse der löslichen Phosphorverbindungen im Skeletmuskel der Ratte 144
Muskowit, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Myristinsäure, R_f-Wert von Derivaten 452

Nahrungsfette, Qualitätsprüfung 137
Nahrungsmittelgesetz, Trennung der zugelassenen Farbstoffe 140
Naphthodianthron, Bestimmung 297
β-Naphthol zur Unterscheidung verschiedener Zuckerarten 290
Naphthole, Bestimmung 398
Naphthylamindisulfonsäuren, Infrarotspektren 43
Narcein, R_f-Wert 237; Trennung von Morphin 237
Narcotin, R_f-Wert 237, 238; Trennung von Morphin 237
Narcotinchlorid, Bestimmung 225
Natrium, Infrarotspektrum des Oxinats 365; Bestimmung in Milch und Käse 137; in Silicaten 393; in tierischem Gewebe 143
Natriumanthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161

Natriumcarbonat als Urtitersubstanz 366
Natriumdiäthyldithiocarbaminat zur Bestimmung von Calcium 440; zur Titration von Quecksilber 119; Nachweis 294
Natriumevipanat, Bestimmung 226
Natriumhydroxydlösungen, Bestimmung von Nitrat oder Chlorid 313
Natriummetavanadatlösung zur Bestimmung von Hydrazinderivaten 450
Natriumpolyphosphat, Bestimmung anderer Polyphosphate 314
Natriumsalz der 5-Äthyl-5-(1-methylbutyl-barbitursäure) Identifizierung 399
Natriumtetraphenyloborat zur volumetrischen Kaliumbestimmung 434; zur Titration des einwertigen Thalliums 120; Pyrolysekurve 203
Natriumthiopentalat, Bestimmung 226
Natriumtriphosphat, Bestimmung anderer Polyphosphate 314
Nembutal, Identifizierung 399
Neodym, Infrarotspektrum des Oxinats 365; Zersetzung von Chelaten 441
Neodymoxalat, Thermolysekurve 204
Nervengift Sarin, Bestimmung 221
Nessler-Reagens zur Schnellbestimmung von Stickstoff in organischem Material 205
Netzmittel, quantitative Bestimmung von nichtionischen Netzmitteln 77
Neutralöle, Bestimmung im Braunkohlenteer 212
Nichteisenmetalle, Bestimmung von Zinn 58
Nichtwäßrige Medien, Alkalimetrie und Acidimetrie 371
Nickel, Verhalten bei der Extraktion 356; Stabilität des Anthranilats 364; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Bestimmung 267; mit Dithizon 201; als Cyanokomplex über Bromcyan 439; Trennung von Platin, Palladium, Rhodium und Iridium 117; Bestimmung in Kupfer 60; in Kupferlegierungen 384; Nachweis und Bestimmung in Aluminiumlegierungen 62; Bestimmung im Stahl 70; in Nickelbädern 314; in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Zink 393; von Silicium 306; von Schwefel 307; von viel Palladium neben wenig Nickel 131
Nickelanthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161
Nickelbäder, chelatometrische Untersuchung 313
Nickelchelate, Stabilität 363; Kristalldaten 203
Nickellegierungen, Bestimmung von Barium 305; von Silicium 306
Nicotin, Bestimmung in Tabak 223
Niob, Extraktion der Rhodanidkomplexe mit organischen Lösungsmitteln 124; Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung neben großen Titanmengen 303; Bestimmung von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff 301
p-Nitranilin, Nachweis mit p-Dimethylaminobenzaldehyd 457
Nitrat, Bestimmung neben Nitrit 445; Bestimmung in Natriumhydroxydlösungen 313; Einfluß auf die Uranbestimmung 96
Nitrile, polarographische Bestimmung aromatischer und aliphatischer Nitrile 288
Nitrit, Bestimmung neben Nitrat 445
1-Nitroanthrachinon, R_f-Wert 53
p-Nitrobenzoesäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Nitrocellulose, Genauigkeit der Stickstoffbestimmung nach Devarda 217
Nitrochlorbenzole, Bestimmung von p- in o-Nitrochlorbenzol 208
Nitrocyclohexan, Bestimmung 297
Nitrofurazon, nephelometrische Bestimmung 400
Nitrontetrafluoroborat bei der Bestimmung von Bor 440
Nitrophenole, Identifizierung 51
p-Nitrophenyldiazoaminoazobenzol zum Nachweis von Cadmium 439
1-Nitroso-2-hydroxy-3-naphthoesäure als analytisches Reagens 367
α-Nitroso-β-naphtol zur amperometrischen Titration des Palladiums 132
Nitro-o-toluidine, Identifizierung und Trennung 51
Nitrotoluole, Bestimmung von 3-Nitrotoluol in 2-Nitrotoluol 209
Noradrenalin, Bestimmung in Blut und Harn 154
Novocain, Bestimmung des freien und gebundenen Novocains im Harn 148
Nucleinsäuren, Apparatur zur Untersuchung der physikalisch-chemischen Eigenschaften 205

α-Octadecylglyceryläther, Bestimmung 289
n-Octylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Odouranalyser für Insekten 319

Öl, Analyse deutscher Rohöle 214
Ölsäure, Abtrennung 135; Bestimmung in Sonnenblumenöl 136
Önanthsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Oestrogene Hormone, Bestimmung und Trennung 155
Olefine, Bestimmung 449; Titration mit elektrolytisch erzeugtem Brom in Anwesenheit von Quecksilber(II)-chlorid 284
n-Olefine, Bestimmung in Erdöldestillaten 215
Olivenöl, Untersuchung 136
Opium, Abtrennung des Morphins 238
Opiumalkaloide, Extraktion aus Mohnköpfen 237; Trennung und Reinheitsprüfung 237; papierchromatographische Trennung 238
Opiumextrakt, Bestimmung von Morphin 239
Opiumpulver, Bestimmung von Morphin 239
Opiumtinktur, Bestimmung von Morphin 239
Opiumtinktur-Ampullen, Erfassung der Inhaltsstoffe 238
Orangensaft, Bestimmung der Säuren 461
Orcin, Unterscheidung verschiedener Zuckerarten 290
Organextrakte, Nachweis von E 605 147
Organic Solvents. Physical Properties and Methods of Purification (Riddick-Toops) 278 [L]
Organische Analyse, Tüpfelreaktionen durch Schmelzreaktionen mit Benzoylperoxyd 448; Filtrationsapparatur 375; (Fritz-Hammond) 276 [L]; (McGookin) 274 [L]; (Siggia-Stolten) 276 [L]
Organische Basen, amperometrische Bestimmung mit Lösungen komplexer Metallverbindungen 225
Organische Chemie, Lehrbuch (Fieser-Fieser) 274 [L]; Lehrbuch (Holleman-Richter) 274 [L]; physikalische Methoden (Weissberger) 277 [L]
Organische Halbmikroanalyse in makroanalytischer Apparatur 278
Organische Säuren, Extraktion der Metallverbindungen 201; Identifizierung schwacher organischer Säuren 51; maßanalytische Bestimmung 48
Organisches Material, Bestimmung von Thalliumspuren 61; Bestimmung von Kohlenstoff-14 375; von Stickstoff 205; Ultramikronachweis von Jod 87
Organische Substanzen, Mikrobestimmung von Antimon 282; Bestimmung von Schwefel 283; von Schwefel und Chlor 377; von Chlor 283; von Chlor und Brom 284
Organische Sulfide, Identifizierung 287
Organische Verbindungen, Bestimmung (Stone) 277 [L]
Ornithin, Infrarotspektrum 148
Osmium, Nachweis mit Thiosalzen 372
Osmiumtetroxyd, Bestimmung mit neuen Redoxindicatoren 368
Oxetanring, Bestimmung 50
Oxime, Nachweis 448
Oxin, Infrarotspektrum 365; Bestimmung 398
Oxinkomplexe, Stabilität von Komplexen verschiedener Metalle 363
Oxinverbindungen, Infrarotspektren 365
Oxocampher, Halbstufenpotentiale 232; polarographische Bestimmung von 3-Oxocampher 231; Kinetik der hydrolytischen Spaltung von 6-Oxocampher 231; Bestimmung von 8-Oxocampher 231; Untersuchung von Aldehydderivaten von 10-Oxocampher 231
Oxyde, Bestimmung im Stahl 389
Oxydihydrocodeinonhydrochlorid, R_f-Wert 238
Ozon, Spektrometer zur automatischen Bestimmung in der Atmosphäre 54

Palladium, α-Picolinsäure und Chinaldinsäure bei der Trennung und komplexometrischen Bestimmung von Palladium 181; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Bestimmung 100, 104, 436; amperometrische Titration 131; Bestimmung mit Dithizon 201; Bestimmung neben anderen Metallen 131; Trennung und Bestimmung mit Hilfe von α-Picolinsäure und Chinaldinsäure 179; Trennung von Kupfer, Nickel, Eisen und Blei 117; Abtrennung des Rhodiums 132; Störung bei der Kobaltbestimmung 367
Palmitinsäure, Abtrennung 135; R_f-Wert von Derivaten 452
PAN, Indicator zur Titration von Wismut 124
Pantopon-Ampullen, Erfassung der Inhaltsstoffe 238
Papaverin, R_f-Wert 237, 238; Trennung von Morphin 237
Papaverinchlorid, Bestimmung 225
Papier, Bestimmung von o-Phenylphenol 222

Papierchromatographie, Elutionsvorrichtung 45
Papierionophorese, Elutionsvorrichtung 45
Papierstreifenhalter bei der Absorptionsspektroskopie von Chromatogrammen 373
Paprika, Bestimmung von Capsaicin 140
Paraffine, Bestimmung im Braunkohlenteer 213; in Erdöldestillaten 214
n-Paraffine, Bestimmung 449; in Erdöldestillaten 215
Paredrine, Bestimmung 240
Pechblenden, Bestimmung von Uran nach Abtrennung von anderen Metallen 396
Pelargonsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Penicillinnatrium-Präparate, Bestimmung von Wasser 225
Pentobarbital, Nachweis 226
Pentobarbitonnatrium, Identifizierung 399
Pentosane, Bestimmung mit der Stenhouse-Reaktion 329; Bestimmung im Holzstoff 217
Pentoseäther, Bestimmung mit der Stenhouse-Reaktion 329
Pentosen, Bestimmung mit der Stenhouse-Reaktion 328; Unterscheidung von Hexosen 290
Pentothiobarbital, Nachweis 226
Perchlorsäure zur Oxydation von dreiwertigem zu sechswertigem Chrom 126
Perjodat, Bestimmung des bei der Oxydation wasserlöslicher Kohlehydrate verbrauchten Perjodats 290
Peroxyd, Bestimmung in Butter 136
Pervitin, Bestimmung 236; Identifizierung und Bestimmung aus biologischem und forensischem Material 320
Pflanzenaschen, Bestimmung von Calcium 209; von Magnesium 209
Pflanzenschutzmittel, Bestimmung von Chlor aus Rückständen 75
Pflanzliches Material, Bestimmung von Mangan 77
p_H-Messungen in stark alkalischen und stark sauren Lösungen 370
Phanodorm, Bestimmung 226
Pharmazeutica, Trennung der Hydrastisalkaloide 236
Pharmazeutische Analyse, Verwendung der Dead-stop-Methode 224
Pharmazeutische Zubereitungen, Bestimmung von Rutin 235
β-Phellandren, Identifizierung 460
Phenobarbital, Nachweis 226
Phenol, Identifizierung 51; Bestimmung 398; Beiträge zur jodometrischen Bestimmung in Gegenwart von reduzierenden Stoffen 184
Phenole, Bestimmung der Dissoziationskonstanten chlorierter Phenole 195; Identifizierung 51; Bestimmung 294; Trennung der Homologen 456; Bestimmung in Abwässern 383; Bestimmung in hydrierten Teerdestillaten 213
Phenolische Arzneistoffe, Bestimmung 398
Phenolphthaleinkomplexon als Metallindicator 369
Phenoxthin, UV-spektrophotometrische Bestimmung 54
p-Phenylazo-phenacylbromid, zur Bestimmung von Carbonsäuren 452
p-Phenylazo-phenacylester, zum Nachweis von Carbonsäuren 452
Phenylessigsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Phenylglyoxylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
o-Phenylphenol, Bestimmung 221
2,6-bis-(6-Phenyl-2-pyridyl)-4-phenylpyridin, Reaktion mit Eisen(II), Kobalt und Kupfer(I) 199
Phenylthioharnstoff, Nachweis 294
Phenyltrichlorsilan, Bestimmung in der Luft 299
Phosgen, Reagens zum Nachweis 75
Phosphat, Mikronachweis 446; Trennung als Silbersalz von Fluorid 447; Bestimmung in Bauxiten 309
Phosphate, Bestimmung kondensierter Phosphate 314; Bestimmung von Uran 92; nach Abtrennung von anderen Metallen 396
Phospholipoide, Bestimmung von peroxydhaltigen Phospholipoiden 206
Phosphor, Mikrobestimmung 282; Bestimmung als Molybdänblau 446; Bestimmung im Stahl 70; in Stahl und Kupferlegierungen 70; in Silicaten 393; neben Si, Al, Fe und Ti in Brennstoffaschen 210; von anorganischem Phosphor im Muskelgewebe 145; Einfluß auf die Siliciumbestimmung 443
Phosphorkreatin-Phosphor, Bestimmung in Muskelgewebe 145
Phosphorsäure, photometrische Bestimmung 1; Bestimmung mit Molybdat 446; Bestimmung im Getreide 137
Phosphorsäureester, Bestimmung auf Papierchromatogrammen als Molybdänblau 449

Phosphorverbindungen, Analyse der säurelöslichen Phosphorverbindungen im Skeletmuskel der Ratte 144
Phosphorwolframsäure, Farbreaktion mit Vanadium(V) bei der Bestimmung von V im Stahl 71
Photometrische Metall- und Wasseranalysen. Ergänzung 1957 (ZIMMERMANN) 54 [L]
Phthalsäureester, polarographische und oscillographische Unterscheidung 296
Physical Methods of Organic Chemistry (WEISSBERGER) 277 [L]
Physikalische Chemie als Einführung in die chemische Technik (FUCHS) 298 [L]
Physiologische Chemie, Lehrbuch (LEUTHARDT) 315 [L]
Physostigmin, Bestimmung 236
Picoline, Farbreaktion 292; Bestimmung 53
Picolinfraktion, Bestimmung einzelner Bestandteile 53
Picolinsäure, Stabilität von Metallkomplexen 363
α-Picolinsäure, Reagens zur Bestimmung und Trennung von Palladium 100, 179; bei der Trennung und komplexometrischen Bestimmung von Palladium 181
Pigmente und Röntgenstrahlen (KÖNIG) 298 [L]
Pilocarpinhydrochlorid, Bestimmung 225
Pinene, Identifizierung 460
Piperazin, Nachweis 53
Piperidin, Bestimmung des Hydrochlorids 47
1-Piperidino-methylcyclohexanon-(2), Bestimmung des Hydrochlorids 47
Plasma, Bestimmung von Eisen 144; von Salicylaten 160; von Harnsäure 158
Platin, Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung mit Dithizon 201; Trennung von Kupfer, Nickel, Eisen und Blei 117; Abtrennung des Rhodiums 132
Platinhexachlorid, Bestimmung mit neuen Redoxindicatoren 368
Platin-Kobaltlegierungen, Bestimmung von Kobalt 392
Pökellaken, Bestimmung von Nitrat und Nitrit nebeneinander 445
Polamidon, Bestimmung 236
Polarographie „anodic stripping polarography" bei der Bestimmung von Spuren von Metallkationen 197; Elektrolysenapparatur für Reihenuntersuchungen 198
Polonium, Bestimmung mit Dithizon 201
Polyäthylenreagensgläser in der radiochemischen Analyse 363
Polyglucosane, thermische Differentialanalyse 291
Polyjodide, Verteilung zwischen organischen Lösungsmitteln und wäßrigen Lösungen 128
Polymere, Bestimmung von ε-Caprolactam 74
Polyphenole, Bestimmung in Tabak 223
Polyphosphate, Bestimmung 314; Nachweis in der Wurst 132
Polyvinylpyrrolidon (REPPE) 299 [L]
Postafene, Bestimmung 398
Potentiometrie, Anwendung der Zinkphosphatelektrode 196
Praseodym, Zersetzung von Chelaten 441
Pro-Banthin, Bestimmung 228
Prolin, Infrarotspektrum 148
1,2-Propandiol, Bestimmung 286
Propen, Strukturanalyse von Polymerisationsprodukten 218
Propenylverbindungen, Nachweis 448
Propionsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Propiophenon, Fluorescenzreaktion 459
n-Propoxynaphthalin, Bestimmung 285
n-Propylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Propylen, gaschromatographische Bestimmung 194
Propylgallat, Bestimmung in Fetten 137
Proscillaridin, Analyse 235
Proteide, Trennung der Lipoproteide im Serum 152
Protein Chemistry, Advances (ANSON, BAILEY, EDSALL) 316 [L]
Proteine, elektrophoretische Trennung von Serumproteinen 151
Proteinhydrolysate, Bestimmung von Arginin 150
Pulsoton, Bestimmung 240
Pulver, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Purinbasen, Identifizierung in menschlichem Harn 159
Purine, Bestimmung und Trennung 316; halbquantitative Bestimmung im Harn 159
Purpureaglucoside, R_f-Werte 233
Pyraceton, Nachweis und R_f-Wert 225
Pyridin, polarographische Untersuchung von Derivaten 461
1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol, Indicator zur komplexometrischen Titration von Wismut 124

Pyrimidine, Bestimmung und Trennung 316
Pyrophosphat, Bestimmung 314
Pyrrol, polarographische Untersuchung von Derivaten 461
Pyrrolidindithiocarbaminatlösung zur Bestimmung von Titan in Stahl 391

Qualitative Organic Analysis and Scientific Method (McGookin) 274 [L]
Quantitative Organic Analysis (Fritz-Hammond) 276 [L]
Quecksilber, Reaktion mit Glycinthymolblau 369; gravimetrische Bestimmung nach dem Tetraphenyloboratverfahren 203; Titration mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 119; mit Triäthylentetramin 372; Bestimmung mit Dithizon 201; Bestimmung in der Luft 378; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Quecksilber(I), Reaktion mit Kaliumhexacyanoferrat(III) 120
Quecksilberanthranilat, Infrarotspektren und analytische Anwendungen 161
Quecksilberdithizonat, radiometrische Untersuchung 201
Quecksilbernitrat zur Rücktitration in alkalischem Medium 401
Quecksilber(II)-nitrat zur Rücktitration von ÄDTA 265
Quecksilbertetraphenyloborate, Pyrolysekurven 203
Quercetin-3-galaktosid, Analyse 234
Quercetin-3-rutinosid, analytisches Reagens 366
Quercitrin, Analyse 234

Radioaktive Präparate, Vermeidung der Verseuchung 363
Radioaktivität in der chemischen Analyse 362
Radioschwefel, Bestimmung in biologischem Material 146
Raffinose, Farbreaktion 291; Bestimmung 290, 416
Rapsöl, Untersuchung 136
Ratte, Analyse der löslichen Phosphorverbindungen in Skeletmuskeln 144
Rattenleber, Trennung der Eiweißstoffe 152
Reduzierende Bestandteile, Bestimmung in Wasser 55
Reduzierende Stoffe, jodometrische Bestimmung von Phenolen in Gegenwart reduzierender Stoffe 184
Reinaluminium, siehe Aluminium
Reiskeimöl, Untersuchung 136
Relaxationscoulometer, Anwendung 196
Resazurinäthyläther, Redoxindicator 368
Reserpin, Bestimmung 239; auf Grund der Färbung mit Xanthydrol 239
Reserpinsäure, Bestimmung 239
Resorcin, Verwendung beim Fluorescenztest auf Vanadium(V) 406; Bestimmung 398
Resorufinäthyläther, Redoxindicator 368
Respirationsgase von Tieren, Untersuchung 319
Rhamnose, Farbreaktion 291
Rhenium, Bestimmung als Rhodanid 129; Bestimmung in Molybdänit 129
Rhodanid bei der Bestimmung von Rhenium 129; photometrische Bestimmung von Wolfram und Molybdän in Form ihrer Rhodanidkomplexe 126; siehe auch Thiocyanat
Rhodanidkomplexe des Niobs, Extraktion 124
Rhodium, Nachweis mit Thiosalzen 372; Trennung von Kupfer, Nickel, Eisen und Blei 117; von Pt, Pd und Ir durch Ionenaustausch 132
Ribose, Farbreaktion 291; Bestimmung 414, 419
Rinderharn, Bestimmung von Fluor 146
Röntgen-Fluorescenz-Spektralanalyse von Eisen und Stahl 388
Roheisen, Analyse von Rückständen 304
Rohöle, Analyse deutscher Rohöle 214
Rohrzucker, Farbreaktion 291; Bestimmung 290
Rostschutzmittel, Bestimmung von Harnstoff 315
Rotweine, Bestimmung von Eisen und Kupfer 461
Rubidium, chromatographische Trennung von Caesium als Äthylendiamintetraacetat 116; Bestimmung in Gesteinen, Mineralien und Meteoriten 394
Rückstände von Pflanzenschutzmitteln, Bestimmung von Chlor 75
Ruthenium, Nachweis mit Thiosalzen 372; Abtrennung von Spaltprodukten 130
Rutin, als analytisches Reagens 366; Bestimmung 234, 398; photometrische Bestimmung 235

Saccharose, Bestimmung 415
Säulenchromatographie, Apparatur zum Entfärben von Lösungen und anschließendem Chromatographieren 194

γ-Säure, Infrarotspektrum 43
J-Säure, Infrarotspektrum 43
Säureblau V, R_f-Wert 219
Säuregemische, Bestimmung durch potentiometrische Titration 195
Säuregrad, Bestimmung in Butter 136
Säuren, Bestimmung halogenierter Säuren auf Papierchromatogrammen 455; potentiometrische Titration von Säuren in verdünnten wäßrigen Lösungen 195; Hochspannungselektrophorese nichtflüchtiger organischer Säuren 453; Bestimmung der Gesamtsäure und der flüchtigen Säure in Süßmosten 133; der freien und flüchtigen Säuren in Fruchtsäften und Weinen 461
Säureviolett 5 BN, R_f-Wert 219
Säurezahl des aus Malerfarben extrahierten Leinöls 219
Salicylaldehyd, Bestimmung 459
Salicylate, Bestimmung in Plasma 160
Salicylsäure, Bestimmung 398, 459; R_f-Wert von Derivaten 452; Bestimmung in Acetylsalicylsäure und Aspirintabletten 227
Salicylsäureester, Bestimmung 459
Salzgehalt, Bestimmung in Butter 136
Samarium, Infrarotspektrum des Oxinats 365; Zersetzung von Chelaten 441
Sandosten, Bestimmung 400
Sarcosin, Infrarotspektrum 148
Sarin, Bestimmung 221
Sauerstoff, Bestimmung 377; des Sauerstoffverbrauches von Wässern 382; Bestimmung in Molybdän, Wolfram und Niob 301; im Blut 79
Saure Bestandteile, Bestimmung im Braunkohlenteer 212
Saure Lösungen, p_H-Messung in stark sauren Lösungen 370
Scandium, Thermolysekurven des 2-Methyloxinats 364; Bestimmung in Mineralien, Erzen und Verarbeitungsprodukten 309
Scheeliterze, Bestimmung von Molybdän 310
Schilddrüsen-Hormone, papierchromatographische Bestimmung 154
Schimmelwert, Bestimmung in Butter 136
Schlacken, Schnellbestimmung der Schlacken bei der Stahlerzeugung 389; von Schwermetallen, Bestimmung von Vanadium 309
Schmieröle, Bestimmung von Calcium- und Zinkadditiven 215
Schokoladen, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Schwefel, Mikrobestimmung in Stahl und Eisen 391; Bestimmung als Sulfid in Stahl 389; Bestimmung in Nickel 307; in organischen Substanzen 283, 377; neben C, H und Si in schwefelhaltigen siliciumorganischen Verbindungen 281; Bestimmung in biologischem Material 146; Entfernung von elementarem Schwefel aus Kohlenwasserstofffraktionen 214
Scillaren A, Analyse 235
Scillirosid, Analyse 235
Scopolamin, Bestimmung 236
Seewasser, radiochemische Bestimmung von Gold 56; Nachweis von Jod 89; siehe auch Wasser
Selen, Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung kleiner Mengen 125; Bestimmung von Thalliumspuren 61
Selenide, Bestimmung von Thalliumspuren 61
Seltene Erden, thermische Zersetzung der Chelate 441; Thermolysekurve der Methyloxinate 364; Trennung von Thorium 114; Bestimmung in Monazit 396; Einfluß auf die Uranbestimmung 96
Semicarbazidhydrochlorid, Bestimmung 450
Semimicro Qualitative Organic Analysis (Cheronis-Entrikin) 275 [L]
Serin, Infrarotspektrum 148
Serum, Bestimmung von Eisen 144; der Gesamteisenbindungsfähigkeit 144; elektrophoretische Trennung der Proteine 151; Bestimmung von Harnsäure 158; von Cholesterin 79
Serumbilirubin, Bestimmung mit der Diazoblau-Reaktion 157
Serumlipoproteide, Trennung durch Elektrophorese 152
Serumproteine, papierelektrophoretische Trennung 151
Sichelzellentest zur Bestimmung von Hämoglobin 156
Silber, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Bestimmung mit Dithizon 201; Bestimmung in Kupferlegierungen und Loten 58; in Kohlenaschen 210
Silberanthranilat, Infrarotspektrum und analytische Anwendungen 161
Silberchloridfenster, Wiederverwendung für die Infrarotanalyse 43
Silberion, Eosin als Indicator bei der fällungsmaßanalytischen Bestimmung von Halogeniden mit Silberion 200; Bestimmung 201
Silbernitrat, Thermolysekurve 204

Silbertetraphenyloborat, Pyrolysekurve 203
Silicagel, Einfluß der Feuchtigkeit auf die gaschromatographische Trennung 43
Silicate, Analyse durch Ionenaustausch 393; Bestimmung von Rhenium 130
Silicium, Bestimmung als Silicomolybdänblau 421; Bestimmbarkeit als Silicovanadatmolybdatkomplex neben anderen Stoffen 443; Bestimmung im Stahl 70, 390; in Nickel und Nickellegierungen 306; neben Al, Fe, Ti und P in Brennstoffaschen 210; neben C, H und S in schwefelhaltigen siliciumorganischen Verbindungen 281; Bestimmung von Bor 385
Siliciumorganische Verbindungen, Bestimmung von C, H, Si und S in schwefelhaltigen siliciumorganischen Verbindungen 281
Silicomolybdänblau zur Bestimmung von Silicium 421
Silicovanadatmolybdatkomplex zur Bestimmung von Silicium 443
Skeletmuskel der Ratte, Analyse der säurelöslichen Phosphorverbindungen 144
Solvents (Durrans) 299 [L]
Sonnenblumenöl, Untersuchung 136; Bestimmung von Öl- und Linolsäure 136
Sorbit, Bestimmung im Wein 462
Spaltprodukte, Abtrennung des carrierfreien Ruthens 130
Spasmalgin-Ampullen, Erfassung der Inhaltsstoffe 238
Spektralanalyse, Auslöschen der Cyanbanden bei der Spektralanalyse von Lösungen 43; Röntgen-Fluorescenz-Spektralanalyse von Eisen und Stahl 388
Spezifisches Gewicht, Bestimmung von Süßmosten 133
Spritzgußlegierungen, Bestimmung von Kupfer und Aluminium 384
Spuren, Anreicherung in Ackerböden 354
Spurenelemente, spektrographische Bestimmung in Kohlenaschen 210
Squalan als Standard 368
Stärkeprodukte, Bestimmung der Feuchtigkeit 133
Stahl, Farbdefektoskopie 72; Röntgen-Fluorescenz-Spektralanalyse 388; Identifizierung der Gefügebestandteile 388; Bestimmung der bei der Stahlerzeugung anfallenden Schlakken 389; von Bor 389; von Silicium 390; von Zinn und Antimon 69; von Blei als Bleidioxyd 70; von Titan 59; von Phosphor 70; von P, W, Si, Ni und B 70; von Vanadium 71; von Mangan in hochlegierten Stählen 305; von Schwefel 391; von Kobalt 392
Standards, Thermostabilität analytischer Standards 202; Squalan als Standard 368
Stannometrie, Resazurinäthyläther und Resorufinäthyläther als Redoxindicatoren 368
Stearinsäure, Abtrennung 135; R_f-Wert von Derivaten 452
Steinobst, Bestimmung der Säuren in Preßsäften 461
Stenhouse-Reaktion primärer aromatischer Amine 324
Steroidhormone, Bestimmungsmethoden in Körperflüssigkeiten (Zimmermann) 316 [L]
Stickstoff, Mikronachweis 376; Bestimmung 376; Mikrobestimmung nach Dumas 377; Bestimmung von Aminostickstoff in gefärbten Lösungen 281; Bestimmung in Abwässern 382; in Molybdän, Wolfram und Niob 301; in organischem Material 205; Genauigkeit der Bestimmung nach Devarda in Nitrocellulosen 217
Stickstoffverbindungen, Infrarotspektren organischer Stickstoffverbindungen 287
α-Strahlung bei der photographischen Bestimmung von Thorium 444
Streptomycin, Bestimmung 230; Bestimmung und Isolierung in Kulturflüssigkeiten und Halbfabrikaten 230
Strontium, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Nachweis im Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442; polarographische Bestimmung 438; Bestimmung mit Fluresceinkomplexon 200; Bestimmung neben Calcium 437; Bestimmung in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Strychnin, Bestimmung 236
Strychninnitrat, Bestimmung 225
Süßmoste, Beurteilung in der Lebensmittelkontrolle 133
Süßwarenerzeugnisse, Bestimmung der Feuchtigkeit 133
Sulfanilamid, Bestimmung 371
Sulfat, Bestimmung 24; neben anderen Stoffen 445; Einfluß auf die Uranbestimmung 96

Sulfhydrylverbindungen, Mikronachweis 293
Sulfid, Bestimmung 27; in Abwässern 383
Sulfide zur Mitfällung von Kationen 371; Identifizierung organischer Sulfide 287; Bestimmung von Thalliumspuren 61
Sulfonamide, Bestimmung 225; elektrophoretische Analyse 224
Sulfoxyde, Bestimmung 450
Sympathicomimetica, Bestimmung 398
Sympathicomimetische Amine, Bestimmung in Arzneimitteln 397
Syringasäure, R_f-Wert von Derivaten 452

Tabak, Bestimmung der Polyphenole 223; von Nicotin 223
Tabun, Bestimmung von Cyanwasserstoff 76
Talosamin, Abtrennung von anderen 2-Aminohexosen 291
Tantal, Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung von Wolfram 66
Tantaloxyd, rotationsanalytische Untersuchung 125
Tantal-Uran-Wolframlegierungen, Bestimmung kleiner Mengen Wolfram 67
Teerdestillate, Bestimmung der sauren Bestandteile in hydrierten Teerdestillaten 213
Tellur, Nachweis mit Thiosalzen 372
Terephthalsäure, Bestimmung neben p-Toluylsäure 296
Terpene, Identifizierung 460
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung von Wasser 206; colorimerische Bestimmung von Chloroform in Tetrachlorkohlenstoff 207
n-Tetradecylamin, Kristalldaten der Chelate 203
Tetrahydrobenzoesäureamid, Bestimmung 47
Tetralin-Decalinmischungen, gaschromatographische Analyse 191
4,4′-6,6′-Tetramethyl-2,2′-dipyridin zur Bestimmung von Eisen(II) und Kupfer(I) 199
3′,4′,5′,6′-Tetraoxyfluoran zum Nachweis von Antimon 123
Tetraphenyloboratlösungen, Nachweis der Stabilität wäßriger Tetraphenyloboratlösungen 364
Textilhilfsmittel, Bestimmung von Farbstoffen 218
Thallium, Anreicherung und Bestimmung in Indium 112, 113; Nachweis mit Thiosalzen 372; polarographische Bestimmung 197; Bestimmung mit Dithizon 201; Bestimmung des einwertigen Thalliums 120; Bestimmung in Metallen, Legierungen und biologischem Material 61
Thebain, R_f-Wert 237, 238; Trennung von Morphin 237
Thermowaage, vereinfachte Thermowaage 203
Thioacetamid zur Bestimmung von Molybdän in Titanlegierungen 303
Thioäther, Bestimmung 287
Thiocarbamid, Bestimmung 371
Thiocyanat, direkte Titration 443
Thiocyanatreagens, auf Phospholipoide und andere Lipoperoxyde 207
Thioglykolsäure, Nachweis 294
Thioharnstoff, Nachweis 294; coulometrische Bestimmungsmethode 348
Thiosalze in der qualitativen Analyse 372
Thiosulfat, Mikrobestimmung mit elektrolytisch erzeugtem Jod 125
Thorium, Verhalten bei der Extraktion 356; Thermolysekurve des Methyloxinats 364; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Untersuchung der Zusammensetzung von Komplexverbindungen mit Aminopolycarbonsäuren 122; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Nachweis im Analysengang ohne Schwefelwasserstoff 442; gewichtsanalytische Bestimmung 444; photographische Bestimmung auf Grund der α-Strahlung 444; potentiometrische Bestimmung 401; komplexometrische Bestimmung 370; Abtrennung bei komplexometrischen Titrationen 370; Trennung von den Seltenen Erden 114; Trennung von Uran durch Ionenaustausch 28; Abtrennung von Uran vor der Uranbestimmung in Mineralien 395; Bestimmung in Wismutlegierungen 387; in Monazit 396; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Thoriumadipat, thermische Beständigkeit 444
Thorium-p-aminobenzoat, thermische Beständigkeit 444
Thoriumanisat, thermische Beständigkeit 444
Thoriumcamphorat, thermische Beständigkeit 444
Thorium-o-chlorbenzoat, thermische Beständigkeit 444
Thorium-m-jodbenzoat, thermische Beständigkeit 444

Thoriummetall, Bestimmung von Uran nach Abtrennung des Thoriums 395
Thorium-α-naphthalinacetat, thermische Beständigkeit 444
Thoriumsuccinat, thermische Beständigkeit 444
Thorium-o-toluat, thermische Beständigkeit 444
Thoriumvanillat, thermische Beständigkeit 444
Thymin, Bestimmung 317
Thymol, Bestimmung 398
Thymolphthaleinkomplexon als Metallindicator 369
Thyroxin, Bestimmung 154
Tiere, Bestimmung der Respirationsgase 319
Tierernährung, Bestimmung von Kobaltzusätzen in Mineralgemischen 222
Tierisches Gewebe, Aufbereitung zur Bestimmung von Kalium und Natrium 143
Tinkturen, Bestimmung von Alkaloiden 236
Titan, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Nachweis mit Thiosalzen 372; Abtrennung des Berylliums 307; Bestimmung von niederwertigem Titan in Gegenwart von Eisen(II) 121; Bestimmung in Eisenlegierungen und Erzen 390; in Stahl und verschiedenen Legierungen 59; in Silicaten 393; in Kohlenaschen 210; neben Si, Al, Fe und P in Brennstoffaschen 210; Einfluß auf die Siliciumbestimmung 443; auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Ca, Mg und Al 64; von wenig Niob neben viel Titan 303; von Wolfram 66
Titan(IV), Trennung von Chrom(III) durch Ionenaustausch-Chromatographie 121
Titanlegierungen, Bestimmung von Molybdän 303
Titrationsapparatur zur Untersuchung physikalisch-chemischer Eigenschaften von Nucleinsäuren 205
Tocopherol, Bestimmung des Gesamttocopherols in Maisöl 142
Toluidinderivate, Bestimmung 295
Toluolsulfonsäure, Katalysator bei der Bestimmung tertiärer Alkohole 286
o-Toluylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
p-Toluylsäure, Bestimmung von Terephthalsäure neben p-Toluylsäure 296
Tonmineralien, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Torsionswaage für das chemische Laboratorium 373
Transformatorenöl, Untersuchung der Oxydation 202
Triäthyl-n-butylammoniumhydroxyd zur maßanalytischen Bestimmung organischer Säuren 48
Triäthylentetramin zur Titration von Metallionen 372
Tribenzylamin, Bestimmung des Hydrochlorids 47
Tributylphosphat zur Bestimmung von Uran 126
Tridecylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Trihydroxyanthrachinon, R_f-Wert 53
1,6,8-Trihydroxy-3-methylanthrachinon, R_f-Wert 53
Trijodthyronin, Bestimmung 154
Trimethylenoxyd, Bestimmung 50
2,3,4-Trimethylpyridin, Bestimmung in Xylidinfraktionen 213
Trinkwasser, Nachweis von Jod 89; siehe auch Wasser
Triphenylmethanfarbstoffe, Reinheitsprüfung 219
Triphosphat, Bestimmung 314
Tripolyphosphat, Bestimmung 314
Trockenpistole, verbesserte Ausführung 373
Tropäolin 00 zur Bestimmung von Alkaloiden und alkaloidähnlichen Arzneistoffen 235, 236
Tryptophan, Abtrennung 149
Tüpfelanalyse, Schmelzreaktionen mit Benzoylperoxyd 448
Tyrosin, Infrarotspektrum 148

Ultramikrotitrationen, Amperometrische Titrationen 362
Ultrarotspektroskopie (Brügel) 193 [L]; siehe auch Infrarotanalyse
Ultrarot-Spektrum und chemische Konstitution (Bellamy) 194 [L]
Umarbeitungsprodukte, Bestimmung von Uran 311
Unacetylierbare Amine, Bestimmung der Hydrochloride neben anderen Aminen 47
10-Undecylensäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Undecylsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Ungesättigtheit, Bestimmung in Butylkautschuk 74
Uracil, Bestimmung 317

Uran, Infrarotspektrum des Oxinats 365; fluorimetrische Bestimmung 28; Bestimmung als Tributylphosphatkomplex 126; Trennung von Thorium durch Ionenaustausch 28; Bestimmung in Wismutlegierungen 386, 387; neben Wismut in Wismut-Uranlegierungen 65; mit Oxin nach vorhergehender Abtrennung in Erzen 395; in Erzen und Umarbeitungsprodukten 311; kleiner Mengen in Mineralien 396; in Phosphaten, Kohlenaschen, Bauxiten und ähnlichem 92; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Nachweis von Wasserstoff 67
Uran(VI), Verhalten bei der Extraktion 356; Thermolysekurve des Methyloxinats 364
Uran-Tantal-Wolframlegierungen, Bestimmung kleiner Mengen Wolfram 67
Uran(VI)-tributylphosphatkomplex, Absorption 126
Uran-Wismutlegierungen, Bestimmung von Uran neben Wismut 65
Urin siehe Harn
Urografin, Nachweis und R_f-Wert 225
Urokolin, Nachweis und R_f-Wert 225
Urtitersubstanzen, Natriumcarbonat als Urtitersubstanz 366

Valeriansäure, R_f-Wert 452
Valin, Abtrennung 149
Vanadat, Bestimmung mit neuen Redoxindicatoren 368; Bestimmung von Cer(IV) neben Vanadat 441
Vanadium, Infrarotspektrum des Oxinats 365; Bestimmung mit Variaminblau B 366; Bestimmung in Reinaluminium 384; in Ferrovanadin 72; im Stahl mit Phosphorwolframsäure 71; in Stahl und Eisen 71; in Schlakken und Erzen von Schwermetallen 309; in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Titanbestimmung in Stählen 390; auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106
Vanadium(V), Verhalten bei der Extraktion 356; Fluorescenztest 406
Vanadium(II)-sulfatlösung zur Bestimmung von Anthrachinon 52
Vanillepulver, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Vanillezucker, Bestimmung von Vanillin und Äthylvanillin 139
Vanillin, Nachweis 139, 227; Bestimmung 285; Bestimmung durch UV-Absorption 139; R_f-Wert in Nahrungsmitteln 139
Variaminblau B, colorimetrisches Reagens 366
Verarbeitungsprodukte, Bestimmung von Scandium 309
Veritol, Bestimmung 240
Vermiculit, Bestimmung der Kationenaustauschfähigkeit 393
Verschlußklappe und Aufnahmeapparat für Destillationskolonnen 374
Viscosität, Bestimmung mit Squalan als Standard 368
Vitamin A, Bestimmung 141
Vitamin B_6, Bestimmung 398
Vitamin B_{12}, Bestimmung des wahren Gehaltes 141
Vitamin D, Bestimmung 141
Vorlesungen über allgemeine und anorganische Experimentalchemie (Thilo) 434 [L]

Waage, Torsionswaage für das chemische Laboratorium 373
Wärmeleitfähigkeitszelle in der Gaschromatographie 194
Wasser, Isotopenanalyse 300; Bestimmung nach dem Karl Fischer-Verfahren 373; Titration mit Essigsäureanhydrid 206; Bestimmung in verschiedenen organischen Stoffen 206; Bestimmung in Butter 136; in Penicillinnatrium-Präparaten 225; Bestimmung der reduzierenden Bestandteile 55; von Deuteriumoxyd 56; geringer Konzentrationen von radioaktivem Caesium 381; von Aluminium und Zink 56; des Sauerstoffverbrauches 382; Nachweis von Jod in Trink-, Mineral- und Seewasser 89; Bestimmung von Mangan 57; von Acrylnitril 383; siehe auch Abwasser, sowie Feuchtigkeit und Seewasser
Wasseranalyse (Zimmermann) 54 [L]
Wasserstoff, Bestimmung mit Squalan als Standard 368; jodometrische Mikrobestimmung 279; Bestimmung des von Metallen eingeschlossenen Wasserstoffs 301; Bestimmung in Molybdän, Wolfram und Niob 301; Nachweis in Uran 67; Bestimmung neben C, Si und S in schwefelhaltigen siliciumorganischen Verbindungen 281; in Erdgas 380
Wasserstoffperoxyd bei der Bestimmung von Eisen(III) 130
Wein, Bestimmung von Schwermetallkationen 134; der Säuren 461; von

Sorbit 462; siehe auch Rot- sowie Weißwein
Weinsäure, mikroanalytische Bestimmung 240; Titration in Getränken 461
Weißweine, Bestimmung von Eisen und Kupfer 461
Weizenkeimöl, Untersuchung 136
Whisky, Bestimmung von Cer 463
Wismut, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Anreicherung in Reinstindium 112; Bestimmung mit Dithizon 201; komplexometrische Titration 124, 370; Bestimmung in Kupfer 383; in Indium 112; Abtrennung von Uran vor der Uranbestimmung in Erzen 395; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Thalliumspuren 61; von Uran neben Wismut in Wismut-Uranlegierungen 65; von Spuren Eisen 65
Wismutkomplexsalze zur Titration organischer Basen 225
Wismutlegierungen, Bestimmung von Cer 386; von Uran 386; von Uran und Thorium 387
Wismutmetall, Bestimmung von Uran nach Abtrennung 396
Wismuttribromphenolat, chromatographische Analyse 40
Wismut-Uranlegierungen, Bestimmung von Uran neben Wismut 65
Wolfram, p_H-Bereich der Fällung 253; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Bestimmung 130; photometrische Bestimmung als Rhodanidkomplex 126; Bestimmung kleiner Gehalte in verschiedenen Metallen 66; colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen in Uran-Tantal-Wolframlegierungen 67; Bestimmung im Stahl 70; in Erzen 396; in Kohlenaschen 210; Einfluß auf die Titanbestimmung in Stählen 391; auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Sauerstoff, Wasserstoff und Stickstoff 301; Bestimmung von Fremdmetallen durch Aktivierungsanalyse 304
Wolframsäure, spektrographische Bestimmung der Verunreinigungen 251
Wolfram-Uran-Tantallegierungen, Bestimmung kleiner Mengen Wolfram 67
Wolle, Bestimmung der Medulla 220
Wurstwaren, Nachweis von Polyphosphaten 132; von Milchpulver und Frischei 132/133

Xanthen-9-carbonsäure, gewichtsanalytische und amperometrische Bestimmung 228
Xanthin, Bestimmung 160
Xanthogenat, Nachweis 294
Xanthogenate von Alkoholen, Papierchromatographie 449
Xanthydrol, bei der Bestimmung von Reserpin 239
Xeroform, chromatographische Analyse 40
Xylidinfraktionen, Nachweis und infrarotspektrometrische Bestimmung verschiedener Stoffe 213
p-Xylol, Bestimmung der Oxydationsprodukte 296
Xylose, Farbreaktion 291

Yatren, Bestimmung 398
Yohimbin, Bestimmung 239
Yttrium, Zersetzung von Chelaten 441

Zeltplanen, Bestimmung von o-Phenylphenol 222
Zimtsäure, R_f-Wert von Derivaten 452
Zincon, Indicator bei der chelatometrischen Zinkbestimmung 372
Zink, Verhalten bei der Extraktion 356; Stabilität des Anthranilats 364; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Reaktion mit Glycinthymolblau 369; Anreicherung in Reinstindium 112; Bestimmung 267; Titration mit Triäthylentetramin 372; komplexometrische Bestimmung 370; Bestimmung mit Fluoresceinkomplexon 200; mit Dithizon 201; als Cyanokomplex über Bromcyan 439; jodometrische Bestimmung neben Kupfer 436; Bestimmung in Wein 134; in Wasser 56; in Reinaluminium 384; Nachweis und Bestimmung in Aluminiumlegierungen 62; Bestimmung in Indium 112; in Wolfram 304; in Nickelmetall 393; in Zinkoxyd 312; in Holzimprägnierungslösungen 216; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; auf die Palladiumbestimmung 103
Zinkadditive, Bestimmung in Schmierölen und Konzentraten 215
Zinkanthranilat, Infrarotspektren und analytische Anwendungen 161
Zinkchelat, Stabilität 363
Zinkdithizonat, radiometrische Untersuchung 202

Zinkoxychinolat, radiometrische Untersuchung 202
Zinkoxyd, Bestimmung von Zink 312
Zinkphosphatelektrode in der potentiometrischen Analyse 196
Zinkspritzgußlegierungen, Bestimmung von Kupfer und Aluminium 384
Zinn, Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Bestimmung 261; mit Dithizon 201; Abtrennung bei komplexometrischen Titrationen 370; Bestimmung in Nichteisenmetallen 58; in kupferhaltigen Legierungen 302; in antimonhaltigen Bleilegierungen 64; in Eisen und Stahl 69; Einfluß auf die Uranbestimmung 96; Bestimmung von Thalliumspuren 61
Zinn(IV), Verhalten bei der Extraktion 356
Zinnbronzen, Bestimmung von Zinn 302
Zinnlegierungen, Bestimmung von Zinn und Kupfer 302
Zirkonium, Verhalten bei der Extraktion 356; Infrarotspektrum des Oxinats 365; Komplex mit Brenzcatechinviolett 199; Verhalten der Zirkonium-Äthylendiamintetraacetat-Komplexe bei der Bestimmung 444; Nachweis mit Thiosalzen 372; Bestimmung in Kohlenaschen 210; Störung bei der Kobaltbestimmung 367; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 103, 106; Bestimmung von Wolfram 66
Zirkonium-Äthylendiamintetraacetat-Komplex bei der heterometrischen Bestimmung von Zirkonium 444
Zucker, Bestimmung in Süßmosten 133; des gärfähigen Zuckers in Wein 462, 463; Nachweis von Invertzucker in Honig 464
Zuckerarten, Unterscheidung 290
Zuckerfreier Extrakt, Bestimmung in Süßmosten und Apfelsaft 133
Zuckergemische, Bestimmung der Stoffmenge auf Papierchromatogrammen 409